

**UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS**

**FACULTAD DE QUÍMICA E INGENIERÍA QUÍMICA**

**E.A.P. DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**Hidroextracción y fraccionamiento del aceite esencial de  
cáscara de naranja**

**TESIS**

**para optar el Título Profesional de Ingeniero Químico**

**AUTOR**

**Limber Reátegui Díaz**

**ASESOR**

**Alfredo Palomino Infante**

**Lima – Perú**

**2005**

## MIEMBROS DEL JURADO

Presidente :    Ing. Alfredo Palomino Infante.

Miembro :      Ing. Jorge Cárdenas Ruiz.

Asesor     :     Ing. Alfredo Palomino Infante.

A mis queridos Padres, Limber y Gladys,  
por su apoyo incondicional y todo el  
esfuerzo que han hecho por mí. A mis  
hermanos Jorge y Rocío. A Patricia, por  
el camino que me ayuda a construir, día a  
día.

## AGRADECIMIENTO

Habiéndose terminado el presente trabajo de investigación, se agradece enormemente a todas las autoridades, docentes, administrativos y alumnos que de alguna forma participaron en el desarrollo de la presente tesis. Sin embargo, cabe manifestar el más profundo y sincero agradecimiento a las siguientes personas, sin cuya ayuda hubiera sido imposible el poder culminar este trabajo:

1. Ing. Alfredo Palomino Infante, M.Sc., Docente del departamento académico de procesos, por su labor como asesor de la presente tesis y su constante apoyo durante la elaboración de este trabajo.
2. Ing. Jorge Cárdenas, Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería Química, por todo su apoyo en la revisión de documentación remitida, asimismo por su desempeño como miembro de jurado.
3. Ing. José Porlles, Por su apoyo, como Presidente de jurado, así como su guía en la preparación de la sustentación de la presente tesis y las sugerencias hechas.
4. Ing. Raymundo Erazo Erazo, Coordinador del Departamento Académico de Procesos, por el apoyo brindado durante la presente investigación y las facilidades brindadas.
5. Sr. Jorge Vera Tudela de La Gala, Por todo el apoyo recibido de él durante el desarrollo del presente trabajo y durante mi pregrado.
6. Sr. Teófilo Quispe, Por ayudarnos a conseguir la materia prima necesaria en este trabajo.

<b>RESUMEN</b>	<b>8</b>
<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>10</b>
<b>CAPITULO I: ANTECEDENTES</b>	<b>13</b>
<b>1.1. MATERIA PRIMA : Citrus sinensis osbeck</b>	<b>13</b>
<b>1.1.1. Generalidades</b>	<b>13</b>
<b>1.1.2. Taxonomía y Morfología</b>	<b>13</b>
<b>1.1.3. Origen</b>	<b>16</b>
<b>1.1.4 .Naranja en el Perú</b>	<b>17</b>
<b>1.1.5. Composición del Fruto</b>	<b>17</b>
<b>1.2 ACEITE ESENCIAL</b>	<b>21</b>
<b>1.2.1. Generalidades</b>	<b>21</b>
<i>1.2.1.1. Extractos Botánicos de uso común:</i>	<b>23</b>
<i>1.2.1.2. Función del Aceite Esencial.</i>	<b>26</b>
<b>1.2.2. Métodos de Extracción de aceite esencial más comunes</b>	<b>33</b>
<i>1.2.2.1 . Destilación azeótropa</i>	<b>33</b>
Destilación con vapor de alta presión	<b>37</b>
Destilación con vapor de baja presión	<b>38</b>
Destilación en corriente de vapor	<b>36</b>
<i>1.2.2.2. Aislamiento por prensado</i>	<b>39</b>
<i>1.2.2.3. Método de Extracción supercrítica.</i>	<b>39</b>
<b>1.3. ACEITE ESENCIAL DE LA CÁSCARA DE NARANJA</b>	<b>42</b>
<b>1.3.1. Características Físico-Químicas de un Buen Aceite Esencial</b>	<b>45</b>
<b>1.3.2. Factores que Afectan la Calidad de los Aceites Esenciales.</b>	<b>46</b>
<b>1.3.3. Factores que afectan la cantidad de aceite en las cáscaras.</b>	<b>47</b>
<b>1.3.4. Usos del aceite esencial de Cáscara de Naranja:</b>	<b>48</b>
<b>1.3.5. ¿Qué es el d- Limoneno?</b>	<b>49</b>
<b>1.3.6. El Limoneno desde el punto de vista Químico</b>	<b>50</b>
<b>1.3.7. Toxicología del d- limoneno</b>	<b>50</b>
<b>1.4. DESTILACIÓN POR ARRASTRE DE VAPOR</b>	<b>53</b>
<b>1.4.1. Principio del Método</b>	<b>53</b>
<b>1.4.2. Descripción de los equipos utilizados a nivel industrial</b>	<b>56</b>
<i>1.4.2.1. Secador</i>	<b>56</b>

1.4.2.2. Hidrodestilador	58
1.4.2.3. Condensador	62
1.4.2.3. Tubo Florentino	63
1.5 PURIFICACIÓN DE LOS ACEITES POR FRACCIONAMIENTO AL VACÍO	65
1.5.1 Introducció	65
1.5.2. Torres de Destilación	66
1.5.3. Bombas de Vacío	72
1.5.4. Trampas de Vapor	72
1.5.5. Diseño de Columna Batch a escala Banco o Laboratorio	74
2.1. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	77
2.1.1. Materiales y reactivos	77
CAPITULO II: PARTE EXPERIMENTAL	77
2.1.2. Diagrama de Flujo de el Proceso	78
2.1.3. Recolección y tratamiento de la materia Prima	78
2.1.3.1. Recolección:	79
2.1.3.2. Tratamiento de la materia prima	80
2.1.4. Procedimiento de Hidroextracción	83
2.1.5. Procedimiento de Purificación	86
2.2. EVALUACIÓN DE LOS EQUIPOS.	87
2.2.1. Balance de materia y Energía en el Equipo de extracción.	87
2.2.1.1 En el equipo de extracción sin cáscara	87
2.2.1.2. En el equipo con cáscara de naranja cargada:	92
2.2.1.3 Pérdidas totales en el equipo:	94
2.2.2. Determinación de la cinética en el procedimiento de Hidroextracción.	95
2.2.3. Balance de materia y Energía en el Fraccionador	99
2.2.3.1. Determinación de la Densidad del Aceite esencial de cáscara de naranja	100
2.2.3.2. Determinación del Flujo teórico de agua en el equipo, en estado estacionario y sin carga de aceite.	100
2.2.3.3. Pérdida de energía en la columna de fraccionamiento	104
2.2.3.4. Cálculo para determinar area de transferencia del condensador.	106
2.2.3.5. Cálculo del número de Etapas en la torre de destilación	110
2.2.3.6. Cantidad de calor utilizado por mililitro de aceite extraído	113

<b>CAPITULO III : ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS</b>	<b>115</b>
<b>3.1. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS ÓPTIMOS EXPERIMENTALES.</b>	<b>115</b>
3.1.1. Preparación de la materia prima	115
3.1.2. Efecto de la molienda sobre la eficiencia de extracción	116
3.1.3. Efecto del Flujo de vapor sobre la eficiencia de extracción:	116
<b>3.2. RESULTADOS DE LOS ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DEL PRODUCTO.</b>	<b>116</b>
3.2.1. Análisis del Aceite Esencial, características organolépticas.	116
3.2.3. Determinación de componentes en el Aceite esencial.	117
3.2.4. Análisis del Producto destilado.	118
<b>CAPITULO IV : INGENIERÍA DEL PROYECTO</b>	<b>121</b>
<b>4.1. CÁLCULO DE LOS REQUERIMIENTOS DE MATERIA PRIMA Y SALIDA DE PRODUCTO.</b>	<b>121</b>
<b>4.10 RESUMEN DE EQUIPOS.</b>	<b>148</b>
<b>4.11. BALANCE DE MATERIA EN EL PROCESO.</b>	<b>149</b>
<b>4.2 DIMENSIONADO DEL SECADOR</b>	<b>122</b>
<b>4.3 DIMENSIONADO DE MOLINO</b>	<b>124</b>
<b>4.4 DIMENSIONADO DE HIDROEXTRACTOR</b>	<b>127</b>
4.4.1. Dimensionado de Boiler	127
4.4.2. Dimensionado de la torre empacada	128
4.4.3. Dimensionado del condensador	129
<b>4.5. DIMENSIONADO DE FRACCIONADOR DE LIMONENO</b>	<b>132</b>
4.5.1. Cálculo de las dimensiones de boiler.	132
4.5.2. Cálculo para las dimensiones de la torre de destilación.	133
4.5.3. Diseño de la torre	134
4.5.4. Diseño del condensador	137
<b>4.6. DIMENSIONADO DE CALDERO</b>	<b>140</b>
<b>4.7. EVALUACIÓN DE COSTOS DE EQUIPOS</b>	<b>141</b>
4.7.1. Índices de Costos	141
4.7.2. Estimación de costos de los equipos a utilizar.	142
<b>4.8 DESCRIPCIÓN RESUMIDA DEL PROCESO PROPUESTO</b>	<b>143</b>
<b>4.9 TOPOLOGÍA DEL PROCESO</b>	<b>144</b>
<b>DISCUSIÓN DE RESULTADOS.</b>	<b>150</b>

<b>CONCLUSIONES</b>	<b>152</b>
<b>RECOMENDACIONES</b>	<b>154</b>
<b>BIBLIOGRAFIA</b>	<b>155</b>

### **ÌNDICE DE ANEXOS**

<b>ANEXO N°1: RESUMEN DE LAS CORRIDAS DE HIDROEXTRACCIÓN DE CÁSCARA DE NARANJA.</b>	<b>159</b>
<b>ANEXO N°2 : NORMAS TÉCNICAS PARA ANÁLISIS DE ACEITES ESENCIALES</b>	<b>161</b>
<b>A-2.1. ITINTEC 319.075 : Determinación del Índice de Refracción en Aceites esenciales.</b>	<b>162</b>
<b>A-2.2. ITINTEC 319.076 : Determinación del Poder Rotatorio específico de la desviación Polarimétrica.</b>	<b>162</b>
<b>A-2.3. ITINTEC 319.077 : Preparación de la muestra de aceite esencial para análisis.</b>	<b>163</b>
<b>A-2.4. ITINTEC 319.081: Determinación de la densidad y de la densidad Relativa</b>	<b>164</b>
<b>ANEXO N°3 : DIBUJOS DE LOS EQUIPOS UTILIZADOS EN LA EVALUACIÓN A ESCALA BANCO.</b>	<b>167</b>
<b>ANEXO N°4: TABLAS DE LA CINÉTICA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL</b>	<b>170</b>
<b>ANEXO N°5: DIBUJOS Y MEDIDAS DEL EQUIPO DIMENSIONADO PARA PLANTA PILOTO</b>	<b>183</b>

### **ÌNDICE DE TABLAS**

<b>Tabla 1.1: Producción de naranja en toneladas por departamento.</b>	<b>18</b>
<b>Tabla 1.2: Época de cosecha de cítrico en el ámbito Nacional, según especie.</b>	<b>19</b>
<b>Tabla 1.6: características de un aceite esencial de buena calidad.</b>	<b>45</b>
<b>Tabla 1.5 Resultados de composición de aceite esencial de cáscara de naranja por Sawamura</b>	<b>45</b>
<b>Tabla 1.7: influencia del tamaño de fruta en el rendimiento.</b>	<b>47</b>
<b>Tabla 1.8 : Rellenos de torres y sus Altura equivalente de empaque de relleno.</b>	<b>71</b>
<b>Tabla 2.1 : Puestos de Expendio visitados y peso de cáscara obtenido por puesto</b>	<b>80</b>
<b>Tabla 2.2 : Peso perdido de la cáscara fresca en el Secado.</b>	<b>82</b>
<b>Tabla 2.4 : Flujo de vapor en las diversas corridas en el extractor con carga.</b>	<b>93</b>



<b>Tabla 2.5 : Calores Latentes requeridos en cada corrida</b>	<b>94</b>
<b>Tabla 2.6 : Pérdidas de calor en el equipo con carga, comparado con el calor total invertido</b>	<b>95</b>
<b>Tabla 2.7 : Corridas utilizadas para determinación de la ecuación y porcentaje de aceite obtenido en cada corrida</b>	<b>98</b>
<b>Tabla 2.8 : Densidad de Aceite esencial</b>	<b>100</b>
<b>Tabla 2.10 : Cantidades de aceite refinado y de agua obtenida en el equipo de fraccionamiento.</b>	<b>104</b>
<b>tabla 2.11: Nomenclatura de valores para determinación de parámetros en condesador.</b>	<b>106</b>
<b>Tabla 2.12 : Datos de temperatura obtenidos en el condensador</b>	<b>108</b>
<b>Tabla 2.13 : Resultados del Log<math>\Delta T</math></b>	<b>109</b>
<b>Tabla 2.14 : Diagrama de equilibrio agua – Limoneno</b>	<b>111</b>
<b>Tabla 2.15: Dimensiones del equipo de Purificación.</b>	<b>112</b>
<b>Tabla 2.16 : Porcentaje de aceite extraído en los primeros 20 minutos de corrida.</b>	<b>113</b>
<b>Tabla. 3.1: Diferentes tipos de tratamiento de materia prima</b>	<b>115</b>
<b>Tabla 3.2 : características organolépticas del aceite esencial obtenido</b>	<b>117</b>
<b>Tabla 3.3 : Comparación de características del aceite esencial obtenida en el laboratorio, comparado con el teórico</b>	<b>117</b>
<b>Tabla 3.5 : resultados Obtenidos en el laboratorio de la USAQ.</b>	<b>118</b>
<b>Tabla 3.6: Características fisicoquímicas de d Limoneno obtenido comparado con la literatura</b>	<b>119</b>
<b>Tabla 4.1 : Características del Secador de Bandejas</b>	<b>124</b>
<b>Tabla 4.2 : Características del Molino de martillo a usar</b>	<b>126</b>
<b>Tabla 4.3 Características del funcionamiento del equipo de hidroextracción</b>	<b>127</b>
<b>Tabla 4.4 : Temperaturas de entrada y salida al condensador</b>	<b>129</b>
<b>Tabla 4.5 : resumen de dimensiones de Extractor por arrastre de vapor</b>	<b>132</b>
<b>Tabla 4.6 : características de diversos tipos de empaque</b>	<b>137</b>
<b>Tabla 4.7: Temperaturas de entrada y salida en el condensador.</b>	<b>138</b>
<b>Tabla 4.8 : Medidas de los equipos</b>	<b>140</b>
<b>Tabla 4.9 : Potencia de Caldero</b>	<b>141</b>
<b>Tabla 4.10 : Costo de los equipos para una instalación a nivel piloto, todos los precios en dólares</b>	<b>143</b>

<b>Tabla 4.11 : Nomenclatura de Equipos por tipo</b>	<b>145</b>
<b>Tabla 4.12 : Lista de Equipos Utilizados</b>	<b>145</b>
<b>Tabla 4.13 : Lista de Corrientes de Materiales, Consignando sus condiciones.</b>	<b>146</b>
<b>Tabla 4.14 : Resumen de las medidas de equipos escalados</b>	<b>148</b>
<b>Tabla A-1 : Resumen de las corridas efectuadas en el Hidroextractor.</b>	<b>160</b>



## RESUMEN

Nuestro país, actualmente es productor de aceites esenciales cítricos, sin embargo, dicho producto no se refina ni concentra, dejando de lado la posibilidad de obtener un concentrado de esencias cítricas y solventes con valor agregado.

Los objetivos principales de este trabajo son la determinación de parámetros adecuados para la hidroextracción del aceite esencial de cáscara de naranja y la obtención del d limoneno por destilación del aceite esencial al vacío, que en conjunto constituye un método mejorado para la obtención de limoneno a partir de la cáscara de naranja.

La hidroextracción, se hizo en una batería de 19 pruebas, para obtener materia prima para la fase de fraccionamiento del aceite esencial, así como para evaluar su rendimiento y composición.

El fraccionamiento se hizo en una batería de 4 pruebas, con 300 mL de aceite cada una. Con los datos obtenidos en estas corridas se determinó el número de platos necesarios para una separación exitosa, así como también el flujo de vapor necesario para tal separación, dejando así, una base para estudios posteriores.

Una de las motivaciones de este estudio fue la disponibilidad de cáscara de naranja como desecho de los puestos de venta de jugo de naranja en la ciudad de Lima. Se podría disponer de una carga diaria de hasta 3500 Kg. de cáscara de naranja al día. Para los cálculos se usa solo el 15% de esta cantidad.

Los resultados del análisis químico del aceite muestra un 95.58% de Limoneno, siendo los componentes principales:  $\beta$ - Myrceno, 2.00%;  $\beta$ - Pinene, 1.03%;  $\alpha$ - Pinenne Bicielo 0.48%; Decanal, 0.43%.

El aceite refinado, por otra parte, tiene las siguientes características fisicoquímicas: Gravedad específica a 20°C : 0.8424, índice de refracción, 1.472, Rotación óptica : +100° y temperatura de ebullición 175°C. Siendo estos datos muy cercanos a los mostrados en la literatura.

El proyecto de investigación contribuye a demostrar la viabilidad técnica del método desarrollado para obtener d – limoneno a partir de cáscara de naranja de desecho.

## INTRODUCCIÓN

El presente trabajo es un estudio técnico experimental de la extracción y refinamiento de aceite esencial de cáscara de naranja dulce (*Citrus sinensis osbeck*), en el cual se reportan los datos obtenidos experimentalmente de las extracciones y refinaciones realizadas a nivel banco, para hacer un diseño a escala piloto.

En el capítulo I se hace un estudio sobre la materia prima utilizada para este estudio. La naranja utilizada proviene, mayormente de Huaral, al norte de Lima. Se describen los lugares de cultivo y las técnicas utilizadas con dicho fin.

Respecto al aceite esencial, se describen las técnicas diversas de extracción y el uso del aceite de cáscara de naranja; así como los diversos equipos y accesorios que se utilizan, tanto para la extracción como refinación del aceite, información que nos servirá para hacer el prediseño a escala piloto de dichos equipos.

En el capítulo II se describe el procedimiento seguido tanto para la recolección de materia prima, como para la hidroextracción y la destilación al vacío. También se encuentra, el diagrama de flujo del proceso seguido y la descripción, evaluación y cuantificación de los equipos utilizados a escala banco; también se describe en este capítulo la cinética de la hidroextracción del aceite de la cáscara de naranja en función de la concentración.

En el capítulo III, se presenta la determinación de los parámetros óptimos para una buena hidroextracción del aceite esencial, tales como molienda y flujo de vapor, así

como las características organolépticas, fisicoquímicas y la determinación de la composición mediante cromatografía de gases acoplado con espectrometría de masas. En este mismo capítulo se ha incluido los resultados de las características fisicoquímicas del d – Limoneno obtenido por destilación al vacío.

En el Capítulo IV, se desarrolla la Ingeniería del Proyecto, a escala comercial, para tratar una carga diaria de 525 Kg. de cáscara de naranja húmeda por día, y obtener 18.3 Kg. de d-limoneno por cada 2 días. Se expone dentro del diseño del proceso, la topología del mismo e inversión en equipos. Se prevé que esta propuesta sirva de base para estudios posteriores de factibilidad técnico económica.

## CAPITULO I



## CAPITULO I

### ANTECEDENTES

#### 1.1 MATERIA PRIMA : *Citrus sinensis osbeck*

##### 1.1.1. Generalidades:

La materia prima para el estudio es la cáscara de naranja dulce, cuyo nombre es *Citrus sinensis osbeck*, variedad originaria del Asia.

Pertenece al género *Citrus* de la familia de la rutáceas, la que comprende alrededor de 1600 especies diferentes; siendo la familia citrus la más importante, con aproximadamente 20 especies.

Los frutos, los cuales pertenecen a la categoría de Hesperidios, son aquellos que contienen la materia carnosa entre el endocarpo y las semillas; son de amplio uso tanto para el consumo directo, como en la industria, donde se le usa desde la producción de alimentos hasta cosmética.

Las naranjas dulces se clasifican en cuatro grandes grupos (1), los cuales son navel, blancas sangre y sucreñas.

##### 1.1.2. Taxonomía y Morfología

<u>Familia</u>	: <i>Rutaceae</i>
<u>Género</u>	: <i>Citrus</i>
<u>Especie</u>	: <i>Citrus sinensis osbeck</i>
<u>Porte</u>	: Reducido (3 – 5m); ramas poco vigorosas.

Flores : Ligeramente aromáticas; solas o agrupadas con o sin hojas. Los brotes con hojas son los que mejores frutos dan (véase fig. 1.1).

Frutos : Hesperidio (véase fig. 1.2.) Consta del exocarpo (flavedo; presenta vesículas que contienen aceites esenciales), mesocarpo (albedo; pomposo y de color blanco) y endocarpo (pulpa; presenta tricomas con jugo). La variedad Navel presenta frutos supernumerarios (ombligo), que son pequeños frutos que aparecen dentro del fruto principal por una aberración genética. Tan sólo se produce un cuaje del 1%, debido a la excisión natural de las flores, pequeños frutos y botones cerrados. Para mantener un mayor porcentaje de cuajado es conveniente refrescar la copa mediante riego por aspersión, dando lugar a una ralentización del crecimiento, de forma que la carga de frutos sea mayor y de menor tamaño. El fenómeno de la partenocarpia es bastante frecuente (no es necesaria la polinización como estímulo para el desarrollo del fruto). Existen ensayos que indican que la polinización cruzada incrementaría el cuaje, pero el consumidor no desea las naranjas con semillas. Algunos sufren apomixis celular (se produce un embrión sin que haya fecundación).



Fig. 1.1 : Vista de la flor del Naranja, conocida también como azahar.

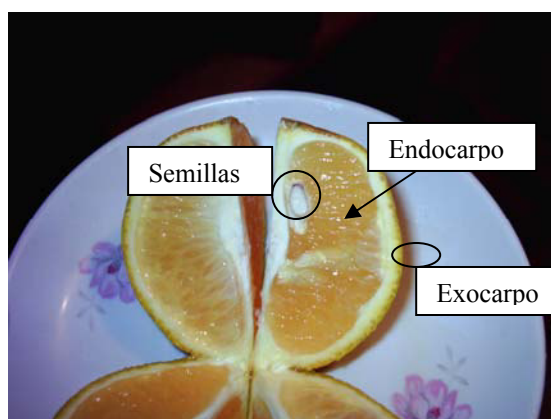
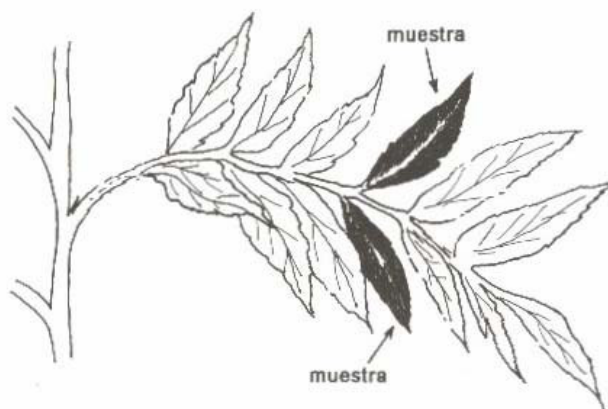


Fig. 1.2 : corte de la naranja mostrando claramente el exocarpo, el endocarpo y la semilla.

**Fig 1.3: Detalle de los tipos de rama en la planta**



a) Rama no frutera



b) Rama frutera

### 1.1.3. Origen

El naranjo dulce procede de las regiones surorientales de Asia, en concreto de la zona sureste de China y el archipiélago malayo. Su cultivo se realiza en el sur de China desde hace miles de años, desde donde se extendió por todo el sudeste asiático. Los árabes introdujeron el naranjo amargo en Europa por el sur de España en el siglo X, Por otra parte, las primeras naranjas dulces conocidas en Europa parece que fueron introducidas por los Portugueses desde la India en los albores del siglo XVI.

La naranja se dice en latín Aurantia, por su color de oro, en lenguaje dravídico (de la India) Narayan, que quiere decir ‘perfume interior’. En árabe, procedente del lenguaje persa, Narendj.

El cultivo de los cítricos se extendió desde Europa a Estados Unidos, donde hay áreas de cultivo florecientes en Florida y California; a Sudamérica, donde Brasil disfruta de la cuota más alta en el mercado mundial de naranjas y zumo de naranjas; a Sudáfrica y a ciertas partes de Australia. Actualmente, el naranjo es uno de los frutales más extendidos por todo el mundo, siendo los principales países productores: Brasil, Estados Unidos, España (Valencia, Murcia, Sevilla y Huelva), Italia, México, India , Israel, Argentina y China.

#### 1.1.4 .Naranja en el Perú

Con la llegada de los europeos al nuevo mundo, en el siglo XVI, desde España se trajeron especies de cítricos al Perú, donde se inicia su cultivo en el valle del Rímac y valles más al norte. De estos lugares, los cítricos fueron llevados a los valles abrigados de la sierra y años más tarde a la selva alta, así como la selva baja del territorio nacional(2). Sin embargo recién la década de los 40's los hermanos Antonio y Fernando Graña crean el primer huerto comercial de naranjos en el Fundo Huando, en Huaral. El cítrico más importante es la naranja dulce, siendo las variantes de este más difundidas el “Washington Navel” y el “Valencia”(3).

En la actualidad la naranja ocupa el tercer lugar en importancia en la producción frutícola del País, con un total de 257419 toneladas anuales, siendo el primer lugar el del plátano y el segundo el del limón sutil(4).

#### 1.1.5. Composición del Fruto:

Ya que la corteza de la cáscara de Naranja es nuestra fuente de aceite esencial, vamos a describir brevemente algunos detalles importantes al respecto de esta; La corteza de los frutos algo verdes contiene del 5 al 14 % del glucósido flavónico (bioflavonoide) hesperidina, que desaparece gradualmente al

madurar. Tiene propiedades protectoras de los vasos sanguíneos, de interés en el tratamiento de la fragilidad capilar.

Tabla 1.1: Producción de naranja en toneladas por departamento. *(fuente : Producción hortofrutícola, Ministerio de Agricultura, Oficina de información Agraria, año 2000).*

Región	Prod. (t)	Superficie (ha)	Rendimiento (Kg/ha)
Tumbes	128	11	11636
Piura	2729	441	6188
Lambayeque	3003	494	6079
Cajamarca	5450	942	5786
Cajamarca	285	41	6951
Chota	2247	565	3977
Jaén	4918	336	14637
Amazonas	4353	474	9184
La Libertad	5814	772	7531
Ancash	4031	417	9667
Lima	36429	2332	15621
Ica	9725	748	13001
Huacavelica	427	107	3991
Ayacucho	3372	469	7190
Apurímac	305	48	6354
Abancay	177	22	8045
Andahuaylas	128	26	4923
Arequipa	80	21	3810
Puno	22386	2216	10102
Moquegua	115	21	5476
Tacna	0	0	0
Cusco	5193	836	6212
Madre de Dios	765	94	8138
Ucayali	20792	2468	8425
Huánuco	8509	656	12971
Pasco	4333	367	11807
Junín	107352	8036	13359
San Martín	10807	930	11620
Loreto	1321	206	6413
<b>TOTAL</b>	<b>257419</b>	<b>23106</b>	<b>11141</b>

Tabla 1.2: Época de cosecha de cítrico en el ámbito Nacional, según especie  
(fuente: “Cultivo de Cítricos”, Comisión Nacional de Fruticultura).

Especie	Variedad	Meses											
		ENE.	FEB.	MAR.	ABR.	MAY.	JUN.	JUL.	AGO.	SET.	OCT.	NOV.	DIC.
Limones	Sutil Tahiti												
Naranjas	Criolla Hamlin Valencia Washington Navel												
Mandarinas	Ponkan Satsuma Precoz Satsuma Normal Dancy King Malvasio Kara												
Toronjas	Murcott Temple												
Tangores (Tangerina x Naranja dulce)	Orlando Mimicola												
Tangelos Tangerina x Toronja	Kunquat												
FORTUNELLA Japonica													

Cosecha plena

Cosecha liviana

La corteza de los frutos maduros contiene también hasta 1,5 gr. de esencia por cada kilogramo, formada principalmente por d-limoneno y una pequeña cantidad de aldehído decílico. Los frutos algo verdes tienen mayores cantidades de esencia en la corteza; más adelante se hará una descripción detallada de dicho fruto.

La naranja como fruto es una baya especial, formada por una piel externa más o menos rugosa y de color anaranjado, con abundantes glándulas que contienen un aceite esencial perfumado, y una parte intermedia adherida a la anterior, blanquecina y esponjosa (fibra). Finalmente, posee una parte más interna y más desarrollada, dividida en una serie de gajos.

La piel externa se denomina exocarpo o pericarpio; la capa blanca se llama mesocarpo, y el interior de la fruta que constituye la parte comestible es el endocarpo, formado por 7 a 12 gajos carnosos y pequeñas vejigas rebosantes de zumo.

A diferencia de muchas otras frutas, las naranjas no continúan su proceso de maduración una vez separadas del árbol, por lo que su calidad depende de que se haya elegido el momento justo para recogerlas.



La calidad de la naranja, su punto de maduración, viene marcada por la correcta proporción de azúcar y acidez. Cuanto más cálido es el lugar donde se cultiva la naranja más proporción de azúcar contiene.

La piel de la naranja deja pasar el aire porque es muy porosa, y esto conlleva un lento resecamiento interno de la fruta. Para retardar este proceso, en el embalaje se cubre la naranja con una capa de cera (parafinado). Lo malo es que durante esta operación se suelen añadir fungicidas, entre ellos el detestable difenil, muy tóxico para el sistema nervioso, para protegerlas de los ataques criptogámicos alargando así su "vida comercial"(5).

## **1.2 ACEITE ESENCIAL**

### **1.2.1. Generalidades**

#### **Concepto y Origen**

La fracción volátil obtenida de una planta o parte de la planta por un método de separación física se llama aceite esencial. El método físico involucra cualquier destilación (incluso el agua, vapor, agua y vapor, o seco) o prensado. Los aceites esenciales representan la parte olorosa del material de la planta, y por consiguiente estos aceites han sido tradicionalmente asociados con la fragancia e industria del sabor. Desde que los aceites esenciales frecuentemente aparecen en un porcentaje muy pequeño del peso del material de la planta original, el obtener cantidades utilizables de aceite exige el procesamiento de

cantidades grandes de materia prima a menudo. Como resultado, la obtención de un aceite esencial sólo se lleva a cabo en aquellos casos donde la cantidad de materia prima, tal como la cáscara de la fruta, haga el proceso factible.

Frecuentemente se ha observado que el aroma de un aceite esencial es substancialmente diferente antes de procesar la planta. Este fenómeno es debido, en su mayor parte al resultado del tratamiento del material vegetal con calor. Muchos métodos han evolucionado durante los años en un esfuerzo por obtener un concentrado de los volátiles que represente con mayor fidelidad el aroma original. Con la excepción del método de extrusión, casi todos éstos involucran tratamiento del material de la planta con uno o más solventes orgánicos (o mezclas de estos) seguido por la concentración del soluto extraído. El extracto solvente frecuentemente rinde, además del aceite volátil, varias cantidades de material orgánico semi y no volátil como las ceras, grasas, aceites fijos, ácidos de peso moleculares altos, pigmentos, así como material alcalino. Sin embargo, porque el extracto solvente produce a menudo un producto con propiedades de olor más representativas y superiores al de un aceite destilado, muchos productos naturales en donde es extremadamente importante el sabor y el aroma (como en la industria de fragancia) utilizan estos extractos en adición de un aceite esencial.

#### *1.2.1.1. Extractos botánicos de uso común:*

Algunos de los extractos botánicos normalmente usados incluyen a lo siguiente.

**Concreto.** Son concentrados odoríferos obtenidos de partes de vegetales frescos de bajo contenido resinoso mediante la extracción con un solvente no acuoso volátil, con la eliminación posterior del disolvente por evaporación a temperaturas moderadas y en un vacío parcial. Los concretos son normalmente masas cerosas sólidas semisólidas que contienen a menudo los ácidos grasos pesados como el laurico, myristico, palmítico, y esteárico así como muchos de los no volátiles presentes en el absoluto.

**Absoluto.** Son materias de perfumería altamente concentradas. Este es un extracto concentrado obtenido por el tratamiento de un concreto u otro extracto de una planta o parte de la planta con etanol, a la que sigue el enfriamiento del extracto (para precipitar las ceras y otras materias no odoríferas), la filtración o centrifugación de la solución alcohólica restante y finalmente la eliminación de la mayor parte del alcohol mediante evaporación a temperaturas moderadas y en un vacío parcial. Es normalmente líquido y debe ser totalmente soluble en el alcohol. Por este método, ceras, hidrocarburos (incluso los terpenoides), así como la mayoría del material inoloro del concreto es alejado del extracto.

**El Aceite absoluto.** Esta es la porción destilable por vapor de un absoluto. Frecuentemente, el aceite absoluto posee las propiedades de olor superiores a la correspondiente al del aceite esencial.

**El aroma Destilado.** Usado por la industria de sabor, el aroma destilado es el producto del extracto continuo del material de la planta con el alcohol a las temperaturas entre la ambiente y 50°C seguidos por la destilación de vapor, y, por último, por concentración de la mezcla hidro-alcohólica combinada. En el enfriamiento, los terpenos se separan a menudo del aroma destilado y son removidos.

**La infusión.** Las infusiones de los extractos botánicos son tinturas que se han concentrado por el levantamiento total o parcial del alcohol por la destilación.

**Oleoresinas.** Las oleoresinas naturales son los exudados de las plantas, considerando que las oleoresinas preparadas son extractos por solventes botánicos, que contienen aceites (ambos volátil y, a veces, pesados), y la materia resinosa de la planta. Las oleoresinas naturales son líquidos normalmente claros, viscosos, y coloreados, considerando que las oleoresinas preparadas son masas heterogéneas de color oscuro.

**Pomada.** Éstos son extractos botánicos preparados por el método del *enfleurage*, en donde los pétalos de la flor son ubicados en una capa de grasa que extrae el aceite esencial. Este método se aplica para flores con muy bajos aromas, los cuales

no dan una cantidad de aceite apreciable en la extracción con vapor o destilación de agua; o para flores de valioso pero delicado olor (como el jasmín), que se destruyen en tal tratamiento. Las Pomadas, como tales, raramente son utilizadas en la actualidad por la industria, pero se procesa para proporcionar los extractos más concentrados como los absolutos. Los absolutos, que son más solubles en alcohol, son mucho más convenientes para la perfumería.

**Las resinas y Resinoides.** Las resinas naturales son exudados de la planta formados por la oxidación de terpenos. Muchos son ácidos o anhídridos de ácidos. Las resinas preparadas son hechas a partir oleoresinas de las que el aceite esencial ha sido separado. Un resinoide ha sido preparado por la extracción de los hidrocarburos de una resina natural.

**La tintura.** Esta se prepara por extracción alcohólica acuosa del material de la planta crudo. Desde que el extracto no se concentra más, el extracto de la planta no se expone al calor.

Se aíslan los aceites esenciales de las varias partes de la planta, como las hojas (el patchouli), fruta (la mandarina), ladrillo (la canela), raíz (el jengibre), césped (la citronela), madera (el amyris), centro del tronco (el cedro), bálsamo (el aceite de bálsamo de tolu), fruto (el pimiento), semillas (el eneldo), flores (la rosa), ramitas y hojas y brotes (los clavos de olor).

Las excepciones a la definición simple de un aceite esencial son, por ejemplo, aceite de ajo, aceite de la cebolla, aceite de

mostaza, o los aceites del abedul dulce; cada uno de los cuales requieren descargo enzimático de los componentes volátiles antes de la destilación de vapor. Además, el proceso físico de extrusión, aplicado principalmente a las frutas cítricas como la naranja, limón, y lima, rinde aceites que contienen de 2-15% material del no volátil. Algunas flores o resinoides obtenidos a menudo por el método de extracción con solventes contienen sólo una porción pequeña de aceite volátil, pero no obstante se les llama aceites esenciales. Se seco-destilan varios aceites que también contienen una cantidad limitada de volátiles; no obstante ellos también se etiquetan aceites esenciales, por ejemplo, aceite del bálsamo Perú. El rendimiento de aceites esenciales de las plantas varía ampliamente. Por ejemplo, la nuez moscada rinde 10-12% en peso de aceite, considerando que las cebollas rinden menos de 0.1% después del desarrollo enzimático.

#### *1.2.1.2. Función del Aceite Esencial.*

La función del aceite esencial en la planta no se entiende totalmente. El examen microscópico de partes de la planta que contienen las bolsas de aceite muestra rápidamente su presencia. Se dicen que los olores de las flores actúan como atrayentes para los insectos involucrados en la polinización y así puede ayudar en la preservación y la selección natural. Los aceites esenciales casi siempre son bacteriostatos y a menudo son bactericidas. Muchos componentes de aceites esenciales son

químicamente activos y así podrían participar prontamente en las reacciones metabólicas. Ellos son fuentes de energía metabólica para la planta, aunque algunos químicos se han referido a ellos como los productos desechados del metabolismo de la planta. Exudados que contienen aceites esenciales, por ejemplo, bálsamos y resinas que actúan como sellos protectores contra enfermedades o parásitos, previenen pérdida de savia, y se forman rápidamente cuando los troncos del árbol se dañan.

El cultivo de plantas productoras de aceites esenciales se ha mantenido al paso con los métodos agrícolas modernos. Híbridos se desarrollan para producir aceites de olor específico, sabor, u otras propiedades. Se han desarrollado Nuevas plantas, (ej. Lavanda), y nuevos aceites esenciales se aíslan y se evalúan todos los años. Muy pocos se comercializan. Nuevas áreas de crecimiento se abren para los aceites específicos que ofrecen calidad o ventajas económicas, como las condiciones de la tierra, irrigación, y mano de obra. La mayoría de los aceites se preparan cerca de su fuente de materia prima para proporcionar el acceso al material recientemente cosechado y reducir los costos de producción. Las excepciones incluyen los absolutos y otros extractos de oleoresinas naturales, como la mirra, olibano, y labdano que tienden a mantener su calidad de olor por un período más largo de tiempo. Algunos aceites todavía se producen bajo condiciones muy primitivas.

Los aceites rectificados han sido los redestilados para mejorar una propiedad particular o característica, como sabor o aroma. Por ejemplo, frecuentemente se rectifica el aceite natural de menta para quitar sulfuro de dimetilo que tiene una nota poderosa a verdura cocinada, inaceptable para el uso del aceite en la crema de los licores de menta. La destilación también se usa para retirar los psoralenos que son peligrosos agentes fotosensibilizadores presentes en el aceite de la bergamota natural. El color también se puede retirar, ej, del aceite de la cassia , por destilación al vacío. Un componente deseable, como 1,8-cineole (eucalyptol) 85% en el aceite del eucalipto, puede concentrarse más allá por destilación.

Los aceites concentrados o plegados se procesan por varios métodos físicos para remover totalmente o parcialmente componentes indeseables o insípidos, como terpenos o sesquiterpenos que tienen pobre solubilidad en alcohol y agua, muy poco sabor, y poca estabilidad. La mayor parte de este grupo los comprenden los aceites cítricos con alto contenido de terpenos que causan oclusión en las aplicaciones como saborizantes para bebidas, otros aceites como la variedad de menta son incluidos. Los métodos del proceso incluyen la destilación fraccionada, extracción por solventes, extracción en contracorriente, extracción supercrítica, evaporación de película fina, y la destilación molecular. En algunos casos, se necesitan destilación y extracto del solvente para el levantamiento



completo de terpenos. Así, aceites tales como el de la mandarina libre de sesquiterpenos, limón libre de sesquiterpenos, o de naranja al 80%, libre de terpenos son aceites procesados. Algunos aceites, particularmente los cítricos son concentrados o plegados para reducir el contenido de terpenos, a un nivel deseado. Por ejemplo, cuando la mitad de los constituyentes volátiles del aceite son removidos, se dice que su remoción dobla la concentración y el aceite se llama entonces doble. A pesar de la concentración, este proceso es no obstante, no meramente una concentración en el sentido ordinario, desde el sabor del concentrado siempre es más débil que el del aceite esencial completo, demostrando que valiosos productos se pierden al retirar los terpenos. En el pasado, una distinción fue hecha entre los aceites sin terpenos y entre aquellos que ni tenían sesquiterpenos, pero esta distinción ha sido abandonada desde que sólo la destilación fraccionada que puede quitar prácticamente monoterpenos sin quitar los sesquiterpenos al mismo tiempo.

Los químicos aromáticos son aislados, o aceites químicamente tratados o componentes de aceites. Algunos componentes son separados físicamente, otros químicamente. En la mayoría de los casos, ellos se purifican mediante destilación. Por ejemplo, el aceite de Bois de Rose (el palo de rosa) puede destilarse para aislar linalol que puede tratarse químicamente luego para obtener derivados como el acetato del linalilo, un ingrediente de

fragancia importante y un componente primario de la lavanda y aceites del lavandina. El aceite de Vetiver de Haití, a pesar de contener sólo 70% alcoholes, se trata con el anhídrido acético, entonces se destila cuidadosamente para incluir los valiosos componentes de olor en el destilado, aunque pueden no ser ésteres.

Pueden aislarse varios otros valiosos químicos aromáticos de los aceites esenciales, por ejemplo, el eugenol de aceite de hoja de clavo de olor que también puede ser, en tratamiento en medio cáustico, isomerizado a isoeugenol que en el tratamiento químico extenso puede convertirse a vanilina. A veces el componente completamente natural no requiere aislamiento posterior o concentración, como en el caso de cinnamaldehído en el aceite de casia que, en el tratamiento directo del aceite por una reacción con retro-aldol, da como producto el benzaldehído natural. Este producto se purifica por los medios físicos.

### **La composición**

Los componentes volátiles de los aceites esenciales son, en su mayor parte, de peso molecular relativamente bajo; moléculas orgánicas de carbono, hidrógeno, y oxígeno, y de vez en cuando el nitrógeno y azufre. Menos frecuentemente, se encuentran cloro y bromo, como por ejemplo, en los volátiles de las algas marinas. La clase más grande de volátiles naturales en plantas son los terpenos. Los terpenos más simples son los

monoterpenos con 10 átomos del carbono. Ellos pueden ser alifáticos, alicíclicos, o bi – o tricíclicos, con grados variantes de insaturacion por encima de tres enlaces dobles. Sesquiterpenos contienen tres unidades de isopreno, diterpenos cuatro, triterpenos seis, etc. Diterpenos (C-20) o unidades mayores, raramente se encuentran en los aceites volátiles, pero pueden extraerse de los vegetales. Los terpenos oxigenados (terpenoides) usualmente acompañan a los terpenos en los aceites esenciales, pero están a menudo presentes en un porcentaje total más bajo.

Otros grupos químicos normalmente presentes en los aceites esenciales incluyen los aromáticos como el alcohol, eugenol, benzaldehído, cinnamalaldehído, etc.; heterocíclicos como las pirazinas, tiazoles, etc.; hidrocarburos (lineales, ramificados, saturados, o insaturados); compuestos oxigenados como los alcoholes, ácidos, aldehídos, cetonas, éteres; y los compuestos macrocíclicos como los almizcles macrocíclicos que pueden ser tanto saturados e insaturados.

Un aceite esencial puede contener los componentes, y a menudo las trazas de ciertas sustancias que son esenciales para el olor y sabor del aceite.

La misma especie de planta normalmente crecida en las partes diferentes del mundo contiene los mismos componentes químicos, pero los porcentajes relativos pueden ser diferentes.

Las condiciones climáticas y topográficas afectan la química de

la planta y pueden alterar el volumen de aceite esencial cualitativamente y cuantitativamente. Por ejemplo, tanto en Bulgaria como Turquía crece la Rosa damascena que se utiliza para la producción de aceite de la rosa. Cada uno contiene los mismos constituyentes, pero los porcentajes relativos son algo diferentes aunque no suficientemente para causar rechazo de uno encima del otro. Las versiones sintéticas de algunos de los ingredientes clave del aceite de la rosa, como los óxidos cis – y trans- de la rosa (1), alcohol b-phenethyl, (2), y trans-b-damasnona (3), también son de venta usual(7).

En resumen, Los compuestos disueltos en los aceites esenciales se pueden clasificar como sigue:

**Esteres.** Principalmente de ácido benzoico, acético, salicílico y cinámico, eucaliptol.

**Alcoholes.** Linalol, geraniol, citronelol, terpinol, mentol, borneol.

**Aldehídos.** Citral, citronelal, benzaldehído, cinamalaldehído, aldehído cumínico, vainillina.

**Ácidos.** Benzoico, cinámico, mirística, isovalérico todos en estado libre.

**Fenoles.** Eugenol, timol, carvacrol.

**Cetonas.** Carvona, mentona, pulegona, irona, fenchona, tujona, alcanfor, metilnonil cetona, metil heptenona.

**Lactosas.** Cumarina.

**Terpenos.** Canfeno, pineno, limoneno, felandreno, cedreno.

**Hidrocarburos.** Cimenos, estireno (feniletileno).

### 1.2.2. Métodos de Extracción de aceite esencial más comunes

Los métodos tradicionales de mayor uso, están basados en la formación de un azeótropo y en el prensado, también existen métodos de extracción tradicionales como el *enfleurage*, el cual es usado para la extracción de fragancias muy delicadas, sin embargo, por ser un método que muy poco uso en nuestro medio, lo obviaremos. Algunos métodos en uso son:

#### 1.2.2.1 . Destilación azeótropa

Según C.S. Carlson y Stewart(8), un azeótropo o mezcla azeótropa es aquella que hierve o destila sin cambio en su composición, y en general tiene un punto de ebullición más alto o bajo que cualquiera de sus componentes puros. Una mezcla de punto de ebullición constante es una mezcla azeótropa, también se define como aquella cuyas composiciones de líquido y vapor en equilibrio son idénticas.

La destilación azeótropa, asimismo, está definida como aquella destilación en la cual uno de los productos obtenidos es

obtenido como un azeótropo. Un solvente es seleccionado (en nuestro caso, vapor) forma un azeótropo con uno o más de los componentes en la alimentación. La aplicación de la destilación azeótropa usualmente está limitada a mezclas con puntos de ebullición muy cercanos, siendo difícilmente separables por una destilación fraccionada. En nuestro caso en particular también se justifica debido a que el agua tiene un punto de ebullición muy inferior al del aceite esencial, evitando así su degradación por incremento de la temperatura.

Destilación con vapor de agua se práctica en los siguientes casos:

- a) Hidrodestilación;
- b) Destilación en corriente de vapor (directo e indirecto);
- c) Destilación con vapor de alta presión.
- d) Destilación con vapor de baja presión.

La composición química del aceite esencial obtenido por estos procedimientos partiendo de la misma materia prima podría ser diferente en función del procedimiento.

### **Hidrodestilación**

Hidrodestilación es el más viejo procedimiento para el aislamiento de los aceites esenciales. Se práctica hasta ahora por que tiene algunas ventajas. En conformidad con este

procedimiento la materia prima está permanentemente en contacto con agua de destilación.

Durante el proceso los compuestos volátiles se difunden dentro de las células vegetales en agua. El orden de destilación de compuestos depende primero de la polaridad de la molécula y no de su volatilidad. Así que los compuestos oxigenados de los aceites esenciales son primer destilado comparativamente con los compuestos hidrocarbonatos. Los compuestos oxigenados presentan también una velocidad de difusión más alta que los compuestos hidrocarbonados.

El equipo de hidrodestilación se compone de: destilador, condensador y el vaso florentino.

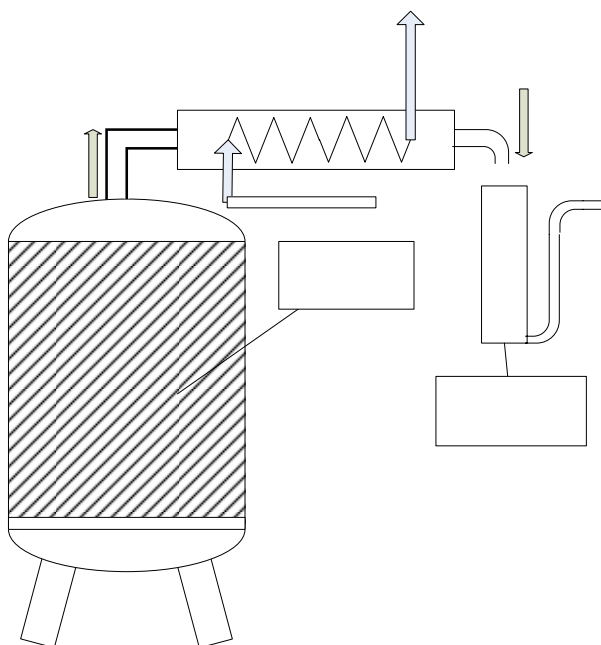


Figura N° 1.4 : Equipo de hidrodestilación

Hidrodestilación presenta algunos inconvenientes:

- La carga de la materia prima y la descarga del material vegetal agotado se hace manualmente;
- El contacto directo entre el material vegetal y el pared recalentado del destilador determina la degradación parcial del aceite.
- Necesita tiempo para llevar el agua a la temperatura de ebullición.

El equipo ha sufrido algunas mejoras Así que el material vegetal se carga en cestos metálicos perforados para mejorar las operaciones de carga y descarga. Cuando se aislan aceites esenciales de flores, la materia prima se carga en una columna que se interpone entre tapa y “cuello de cisne”. De esta manera las flores estarán atravesadas solamente de vapores generados en el destilador. En los últimos años la hidrodestilación se conduce como un proceso continuo. De esta manera el destilador se carga y descarga continuamente.

### **Destilación en corriente de vapor**

En este procedimiento el vapor de agua esta generado dentro de caldera de vapor. De esta manera el calentamiento del material vegetal es uniforme, la degradación del aceite esencial será eliminada por que el material vegetal no tiene ningún contacto



con la pared recalentado del destilador y el flujo del vapor podría ser dirigido donde más conviene.

La destilación en corriente de vapor se hace en dos modalidades:

- Con vapor directo.
- Con vapor indirecto.

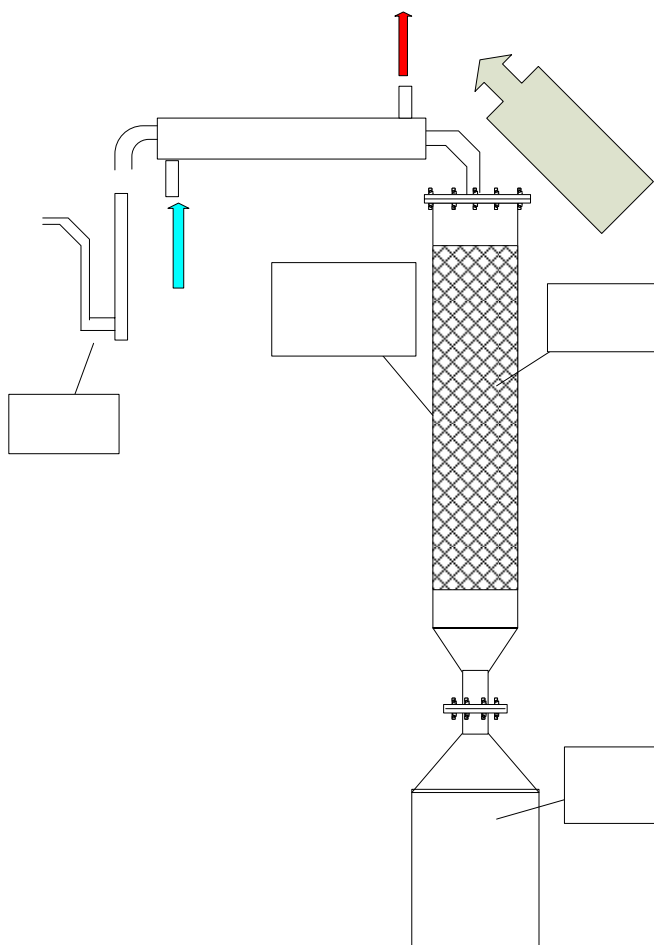
El equipo se compone de: destilador, condensador y el vaso separador. Estos equipos son de gran capacidad.

### **Destilación con vapor de alta presión**

El procedimiento es una variante del proceso de destilación en corriente de vapor directo. La diferencia es que el flujo de vapor tiene algunas ventajas:

- Tiempo de destilación más corto;
- Destilación completa del aceite esencial;
- Ahorro de energía.

La aplicación del procedimiento es limitada solamente a los aceites esenciales estables desde el punto de vista térmico ya que con el aumento de presión se incrementa la temperatura del vapor. Se habla de aceites esenciales pobres en monoterpenos pero ricos en sesquiterpenos. Por ejemplo aceites esenciales aislados desde ramas de coníferos, corteza, frutas, raíz, semillas, etc.



Separador  
Fiorentino

Figura N°1.5 : destilación por arrastre en corriente de vapor

### **Destilación con vapor de baja presión**

El procedimiento es una variante del proceso de destilación en corriente de vapor indirecto. La diferencia es que la destilación se hace en un sistema cerrado, donde la presión es menos que la presión atmosférica. La temperatura de destilación será menor a 100° C. A esta temperatura la degradación térmica del compuesto del aceite esencial es mínima.

#### *1.2.2.2. Aislamiento por prensado*

El procedimiento se aplica industrialmente para el aislamiento de los aceites esenciales desde la piel de las frutas cítricas: naranjas, limón, toronjas, mandarinas. En conformidad con este procedimiento la piel de frutas se prensa mecánicamente con diversos dispositivos. Junto con el aceite esencial se obtienen otras sustancias: pectinas, proteínas, colorantes liposolubles, etc. El aceite esencial se separa por decantación y filtración.

Otra modalidad de trabajo es picar la piel de las frutas y después centrifugarlas. El aceite esencial se separa y se filtra.

La última modalidad es la siguiente: la piel de las frutas se punza en la superficie con muchas agujas, pasando al mismo tiempo un flujo de agua sobre piel (flujo que recoge el aceite).

#### *1.2.2.3. Método de Extracción supercrítica.*

Los gases comprimidos a su estado líquido o supercrítico son conocidos desde hace algún tiempo por tener propiedades solventes, teniendo a su vez, una alta difusión; Esto los hace convenientes para su uso en el aislamiento de sustancia odorantes o similares contenidos en materia vegetal.

Usualmente utilizados en la cromatografía con fluidos supercríticos, la extracción de aceites esenciales, producción de farmacéuticos, extracción del colesterol de la leche, uno de los primeros usos que se le dio a esta tecnología fue en el

descafeinado del café. Los fluidos supercríticos, como solventes de extracción presentan propiedades muy útiles, al tener una potencia de solubilidad casi tan alta como la de los líquidos, un coeficiente de difusión tan alto como el de un gas, una viscosidad dinámica pequeña y una tensión superficial casi nula, con lo que pueden transitar por lugares muy intrincados de un lecho.

Según Batiu(7), la Extracción supercrítica combina las características de la extracción con solventes y de la destilación azeótropa, obteniendo, de esta manera, las siguientes ventajas:

- El extracto conserva su naturaleza, al operar el procedimiento a temperaturas ambientales.
- La posibilidad de exclusión de contacto del extracto con O<sub>2</sub> del aire.
- Consumo energético reducido.
- Posibilidad de manejo de las condiciones de los compuestos activos (P,T), modificando, de esta forma, su solubilidad.
- Posibilidad de efectuar una extracción fraccionada.
- Al tener los Fluidos supercríticos un coeficiente de difusión mayor y una baja viscosidad, hay mejora en la transferencia de masa.
- Es un proceso más rápido que los procesos convencionales.
- Los gases en estado supercrítico son inertes, además de ser atóxicos.

El estado supercrítico es aquel que aparece a temperaturas y presiones más altas del punto crítico; en este estado, las fases vapor y líquido coexisten en un solo estado, estando en equilibrio termodinámico.

Uno de los gases en estado supercrítico más importante es el CO<sub>2</sub>, al tener una temperatura crítica de 31.1°C, que no daña en absoluto los compuestos activos en el aceite, y una presión crítica de 73.8 bar, que son relativamente fáciles de alcanzar, algunos puntos críticos de algunas sustancias se hallan en la tabla 1.3.

Tabla N° 1.3 : Puntos críticos de algunos compuestos (*fuelle : “Perry’s Chemical Engineer’s Handbook”*)

	Fórmula	Peso Molecular	T <sub>c</sub> (K)	P <sub>c</sub> (atm)	V <sub>c</sub> (m <sup>3</sup> /Kmol)
Metano	CH <sub>4</sub>	16.0	190.6	45.3	0.099
Ciclohexano	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub>	84.2	553.6	40.5	0.308
Acetona	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O	58.1	508.2	46.5	0.21
Metil etil cetona	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O	72.1	535.5	40.7	0.267
Aire		29.0	132.5	37.4	0.092
Hidrógeno	H <sub>2</sub>	2.0	33.2	13	0.064
Oxígeno	O <sub>2</sub>	32.0	154.6	49.5	0.074
Nitrogen	N <sub>2</sub>	28.0	126.2	33.5	0.089

El CO<sub>2</sub> Supercrítico es considerado un solvente no polar y se considera con una solubilidad similar al del pentano líquido en condiciones cercanas a la crítica(9).

El diagrama de un equipo de extracción supercrítica está en la fig.1.6.

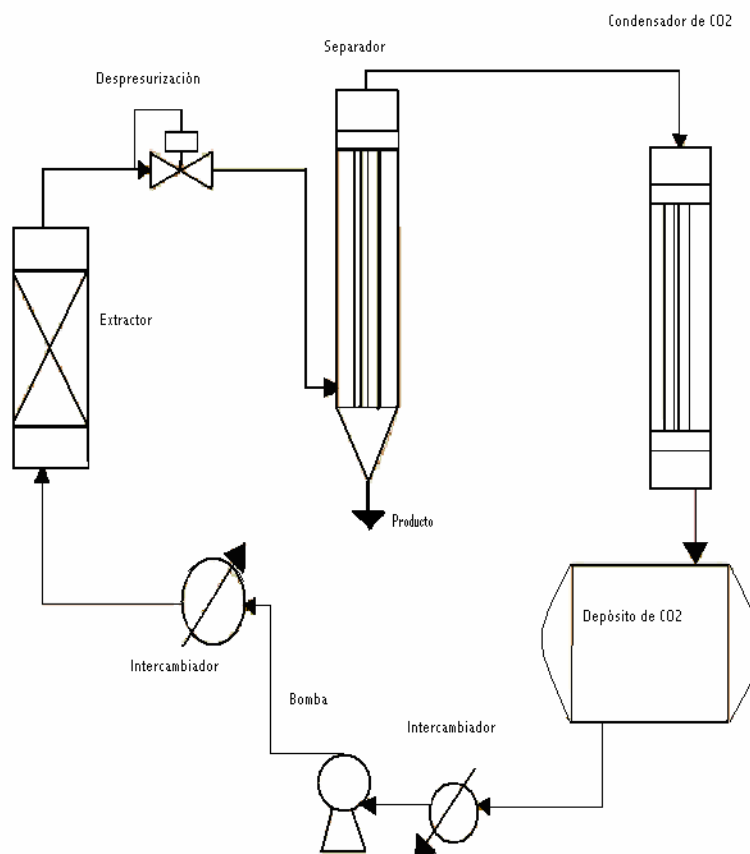


Fig 1.6: Diagrama típico de un equipo de extracción Supercrítica

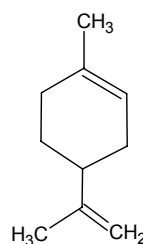
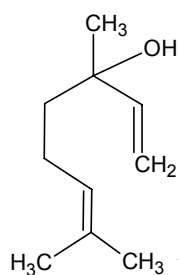
### 1.3. ACEITE ESENCIAL DE LA CÁSCARA DE NARANJA

Guenther (10); El aceite esencial en los cítricos está contenido en numerosas vesículas de aceite ovaladas, cuyo diámetro varía de 0.4 a 0.6 mm. Incomunicados de las células circundantes, no tienen paredes propias, sino que más bien están sencillamente rodeadas por los restos de tejido degradado. Estos sacos de aceite están difundidos en la parte externa, coloreada de la cáscara (flavelo), por encima de la del mesocarpio interior, que la porción clara de la cáscara (albedo).

El aceite de naranja dulce, por lo que se refiere a la cantidad producida, ocupa los primeros lugares entre aceites cítricos producidos. Se obtiene principalmente por la compresión de la cáscara del cítrico. Los Estados Unidos, Chipre, Guinea, Israel, y Brasil son los productores principales; Se producen aceites de naranja especiales en muchos otros países. Una composición típica del aceite de cáscara de naranja obtenido en frío es la siguiente:

Tabla 1.4: Composición típica de aceite de cáscara de naranja (*fuentes: "Enciclopedia of Chemical Technology", Kirk – Othmer.*)

Componente	Número de estructura	Porcentaje
limoneno	(23)	95
mirceno n-octano	(29)	2
a-pineno	(44)	0.4
linalool	(10)	0.3
decano		0.3
sabineno	(30)	0.2
geranial		0.1
neral		0.1
dodecano		0.1
Total		98.5



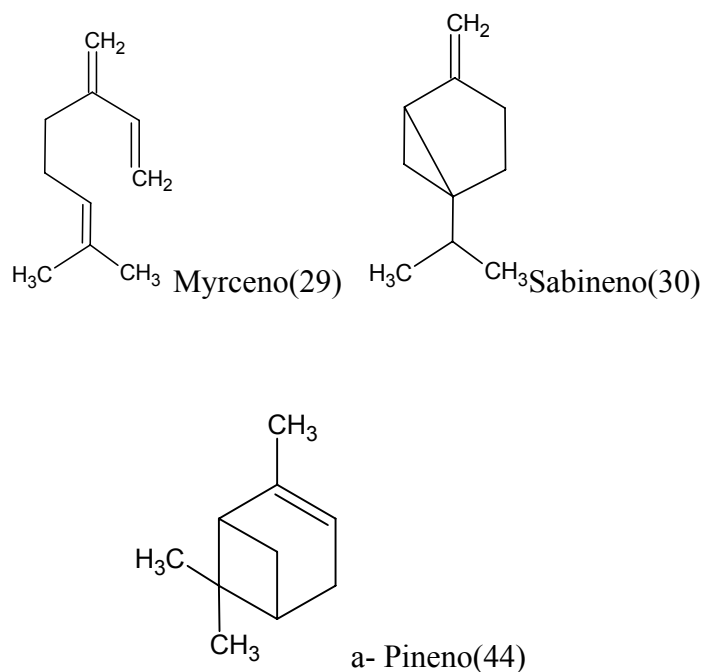


Figura 1.7: estructuras moleculares de los principales componentes del aceite esencial de cáscara de naranja (11)

J. Sanz (34) reporta que un elevado número de compuestos volátiles presentes en las plantas, requiere para su estudio analítico el empleo de una técnica de gran poder de separación como es la cromatografía de gases (GC).

La calidad de un método de aislamiento de volátiles viene dada por su reproducibilidad y por la relación entre la composición de las fracciones que con él se obtienen y la que presentan las conseguidas mediante otros métodos de fraccionamiento.

Sawamura (35) Hizo un análisis comparativo del aceite esencial de cáscara de naranjas provenientes de 2 regiones del Asia. Los resultados obtenidos de este análisis fue el siguiente (tabla 3.4):



Tabla N°1.5: Resultados de composición de aceite esencial de cáscara de naranja por Sawamura.

Compuesto	Porcentaje	Porcentaje
Limoneno	93.6	93.6
Myrceno	2	2.1
Sabineno	0.7	0.8
$\alpha$ -Pínen	0.4	0.5
$\beta$ -Pheladreno	0.3	0.3
Fernaceno	-	0.1

### 1.3.1. Características Fisico-Químicas de un Buen Aceite Esencial

Según la farmacopea de E.E.U.U, y Francia (1957)

Tabla 1.6: características de un aceite esencial de buena calidad(fuente :  
*“Extracción de Aceites Esenciales de la Naranja Variedad Valencia”, Alfredo Cortez*)

Esencia de Cáscara de Naranja (Citrus sinensis Osbeck)	
Descripción:	Color intensamente amarillo anaranjado a anaranjado fuerte, olor y sabor característico
Solubilidad:	Es miscible con alcohol deshidratado y con bisulfuro de carbono y se disuelve con un volumen igual de Acido acético-glacial.
Peso Específico:	No menor de 0.842 ni mayor de 0.846
Rotación Óptica :	No menor de 94° ni mayor de 99° en tubo de 100 mm.
Índice de Refracción:	No menor de 1.4723 ni mayor de 1,4737 a 20°C.
Contenidos de aldehídos (Citral) :	No menor de 0.5% ni mayor de 5%.
Residuos de evaporación :	No menor de 1% ni mayor de 4%.
Temperatura de ebullición(1Atm):	172 °C

Presenta solubilidad en Alcohol deshidratado y bisulfuro de carbono, se disuelve con igual volumen de ácido Acético glacial.

### **1.3.2. Factores que Afectan la Calidad de los Aceites Esenciales.**

Locaecke y Pulley citados por Cortez (12), estudiaron los aceites de naranja de Florida durante la temporada 1937-38, no encontraron diferencias debido a la variedad de frutas, ni tampoco se encontró un cambio significativo por el cambio de estación, mientras que Kestersin y Mc. Duff (12) tampoco encontraron variedad significativa en las propiedades de el aceite proveniente de variedades diferentes.

Según Maffei (12), El aceite de naranjas parcialmente maduras tienen un menor residuo no volátil que el caso de las naranjas sobre maduras. Mientras que Atener (12) encontró que las naranjas españolas tenían una mayor cantidad de residuo señala que las naranjas italianas, esto probablemente se debió que las naranjas españolas estaban en un estado de madurez más avanzado.

En 1930, Villiers reportó que el aceite obtenido de fruta guardada en frío no varía significativamente hasta antes de las 6 semanas de almacenamiento; sin embargo, en un almacenamiento prolongado, hubo incremento en la gravedad específica, rotación óptica y valor de saponificación, asimismo también disminuía el contenido de aldehído en el aceite.

### 1.3.3. Factores que afectan la cantidad de aceite en las cáscaras.

En 1946, Bartolomé y Sinclair (12) estudiaron en California la influencia del tamaño de la fruta en el rendimiento del aceite.

Obteniéndose el cuadro que se muestra a continuación:

Tabla 1.7: influencia del tamaño de fruta en el rendimiento. (fuente : “Extracción de Aceites Esenciales de la Naranja Variedad Valencia”, Alfredo Cortez .

Tamaño de Fruta	Promedio del area-superficie por fruta en $\text{cm}^2$	Rendimiento mL por cada 100 $\text{cm}^2$ de cáscara	Promedio de aceite Lb/Ton fruta
Grande	152.9	0.93	14.1
Pequeña	103	0.9	15.9

Cómo podemos ver, el rendimiento en una naranja grande, por unidad de área, es mayor, sin embargo en las naranjas pequeñas el rendimiento por tonelada de fruta es mayor, a que en una tonelada de fruta hay mayor área de cáscara, al ser estas más pequeñas.

Asimismo, ambos determinaron que el rendimiento para naranjas Washington Navel era de 1.10 mL por 100  $\text{cm}^2$  de cáscara, valor que es cercano al determinado por Villiers en 1930, quien determinó un rendimiento de 0.96 mL por 100  $\text{cm}^2$  para Washington Navel y 1.95 para las naranja Valencia.

Otro factor que puede determinar la producción de aceite es la condición de la cáscara; una cáscara suave va a tener un contenido de aceite mucho menor al que tiene un cáscara firme.

#### **1.3.4. Usos del aceite esencial de Cáscara de Naranja:**

Los aceites esenciales han sido, durante mucho tiempo las materias primas básicas en la fabricación de perfumes. También son materias primas básicas para la elaboración de sustancias saporíferas, aunque quizás, en menor medida, ya que desde hace largo tiempo disponen de una amplia gama de otros tipo de productos (por ejemplo, jugos).

El aceite de naranja dulce es con gran diferencia el más importante de los aceites cítricos en términos de cantidades producidas y de hecho, entre los aceites esenciales ocupa el segundo lugar, solo después de los aceites de pino. El aceite de naranja dulce se utiliza principalmente como saporífero, predominantemente en bebidas no alcohólicas, aunque también en artículos de pastelería y confitería. Cantidades menores se utilizan en la preparación de cosméticos y en productos de servicios industriales y domésticos, como jabones, otros artículos de limpieza y aerosoles. Otras aplicaciones incluyen productos farmacéuticos y colorantes. Para este último uso se prefieren ciertos aceites de naranja producidos en la región mediterránea debido a su alto contenido de caroteno líquido, que tiene fuertes propiedades colorantes, Sin embargo, el empleo de aceite de naranja como colorante es reducido y está disminuyendo. Como ocurre con los demás aceites cítricos, los aceites de naranja son concentrados o enriquecidos con

frecuencia antes de su utilización; los más altamente concentrados se conocen como aceites de naranja desterpenados.

### 1.3.5. ¿Qué es el d- Limoneno?

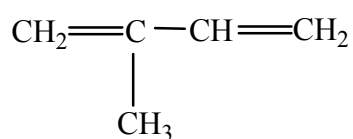
Los subproductos del proceso de concentración, que se denominan generalmente “terpenos de naranja” o en ocasiones “aceites de naranja lavados”, pueden emplearse en grandes cantidades como fuente de sabores y aromas de naranja baratos. Se emplean también para obtener d-limoneno, su principal componente. Ampliamente empleado en perfumería y como saporífero, el d limoneno es principalmente un disolvente en la industria de plásticos y pinturas, en el desengrase de metales previo a su pintado y en la limpieza de equipos electrónicos. adhesivos y otros productos afines (13). El d -limoneno sin emulsionantes puede reemplazar muchos productos incluyendo: Metil Etil Cetona (MEK), acetona, tolueno, éteres, y también los solventes orgánicos de cloro o de fluoruro. Como es con la mayoría de los solventes, el d-limoneno no es soluble en el agua, y por eso se puede usar en los aparatos que típicamente separan el agua. El d-limoneno tiene propiedades tan fuertes como las de los CFC, indicando que es mejor solvente que los "solventes minerales”.(14)

El limomeno aparece en la naturaleza, en ciertos árboles y arbustos, así como también como producto de la actividad humana desde donde son lanzados, junto con otros monoterpenos, a la atmósfera en grandes cantidades.

### 1.3.6. El Limoneno desde el punto de vista químico

Lock(15), El término terpenoide se refiere a un grupo de sustancias que tienen un origen biosintético común y que siguen la llamada “Regla del Isopreno”, formulada por Wallach en 1866.

Pueden clasificarse como monoterpenos, ( $C_{10}$ ), sesquiterpenos ( $C_{15}$ ), diterpenos ( $C_{20}$ ), sesterpenos ( $C_{25}$ ), triterpenos ( $C_{30}$ ), y tetraterpenos ( $C_{40}$ ), según el número de unidades isopreno que los conforman (fórmula . 1.1)



Fórmula. 1.1: estructura del Isopreno

Según Pinder, (16) El limoneno es un monoterpeno. Hidrocarburo ópticamente activo, teniendo variedad *levo* gira y *dextro*gira. Los derivados del limoneno son activos desde el punto de vista óptico. El Nombre IUPAC del d- limoneno es 4-isopropenil-1-methyl-ciclohexeno.

### 1.3.7. Toxicología del d- limoneno

El limoneno es un irritante de la piel, tanto en animales como en humanos. En conejos el d - limoneno es un irritante ocular. Mientras en que los cerdos, el aire oxidado por d - limoneno (no el d limoneno en sí) induce a la alergia por contacto. El órgano

crítico en los animales (excepto en las ratas macho), tras la administración oral o intraperitoneal de la sustancia, es el hígado. No se sabe de estudios en que los animales de experimentación hayan sido expuestos al limoneno por inhalación. La exposición al limoneno altera la cantidad y la actividad de distintas enzimas hepáticas, el peso del hígado, los niveles de colesterol y la secreción biliar. Se han observado esos cambios en ratones, ratas y perros. No se dispone de suficientes datos para determinar cuál es el órgano crítico en el ser humano.

En ratas macho, la exposición al d-limoneno causa lesiones y tumores renales. Se cree que una proteína específica de la rata macho, la 2 $\mu$ -globulina, cumple una función crucial en el desarrollo de lesiones renales tanto neoplásicas como no neoplásicas. Por consiguiente, esas lesiones renales se consideran sin importancia para la evaluación del riesgo en el ser humano. El d-limoneno se estudió en una batería de pruebas *in vitro* de corta duración demostrándose que no es genotóxico. No hay constancia de que el limoneno tenga efectos teratogénicos o embriotóxicos en ausencia de toxicidad materna. En general, el d-limoneno puede considerarse una sustancia química con una toxicidad bastante baja (salvo por sus propiedades irritantes y sensibilizantes).

Según los datos de que se dispone, los alimentos son la principal fuente de exposición al limoneno. El valor de orientación calculado para la ingestión de limoneno es de 0,1 mg por kg de peso corporal diarios. A los actuales niveles de exposición estimados, el limoneno presente en los productos alimenticios no parece constituir un riesgo significativo para la salud humana.

En la atmósfera, el limoneno y otros terpenos reaccionan rápidamente con los radicales hidroxilo y nitrato y con el ozono producido fotoquímicamente. La oxidación de los terpenos como el limoneno contribuye a la formación de aerosoles y de niebla fotoquímica. En principio, en el suelo el limoneno tiene poca movilidad, y en el medio acuático se une fuertemente al sedimento. El limoneno es resistente a la hidrólisis. La biodegradación se produce en condiciones aerobias, pero no en condiciones anaerobias.

La vía de exposición al limoneno más probable en los organismos terrestres es el aire. Los pocos estudios realizados sobre especies terrestres (esto es, insectos) mediante exposición al vapor han revelado efectos en niveles de partes por millón. Las concentraciones ambientales medidas oscilan generalmente



entre 0,1 y 2 ppm (0,6–11  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ). En lugares contaminados, las concentraciones de limoneno en el suelo pueden sobrepasar los niveles por encima de los cuales aparecen efectos en los organismos que viven en el suelo (por ejemplo, los gusanos). En el medio acuático, el limoneno presenta una elevada toxicidad aguda para los peces. Las concentraciones de limoneno en aguas superficiales suelen ser mucho más bajas que los niveles de toxicidad aguda determinados experimentalmente, por lo que es probable que el limoneno plantee un bajo riesgo de efectos tóxicos agudos para los organismos acuáticos. No se conocen estudios sobre los efectos crónicos.(17)

## **1.4. DESTILACIÓN POR ARRASTRE DE VAPOR**

### **1.4.1. Principio del Método**

Palomino(18) postula que el mecanismo de extracción de los aceites esenciales se interpreta como el efecto combinado del transporte intrapartícula por difusión molecular del vapor caliente, el rompimiento de las paredes celulares de los sacos que guardan los aceites esenciales, la subsecuente evaporación de dichos aceites y la difusión de los aceites junto con el vapor caliente hacia la boca del poro. Una interpretación plausible del fenómeno de evaporación de los aceites esenciales ( $ae^*$ ) en el interior de la matriz vegetal (tallos, raíces, hojas), supone que esta misma está gobernada por la volatilidad relativa del  $ae^*$ , la temperatura y la calidad del vapor, el tamaño de poros, las

tensiones locales en el interior de la matriz vegetal y el esfuerzo necesario para el rompimiento de los sacos capilares(fig. 1.8).

De todos estos factores, el más importante es la energía requerida para el cambio de fase, donde la velocidad de evaporación de los  $ae^*$  se incrementa por la disminución de la presión parcial debido a la presencia de vapor de agua; así se deben de tomar en cuenta dos resistencias que se presentan en el fenómeno, que son, la resistencia a la difusión y la resistencia a la vaporización de los  $ae^*$ . Así, podemos deducir que la velocidad de transporte de los  $ae^*$  desde las partes alejadas de la boca del poro será más lenta que desde las cercanías. Asimismo, los sacos que almacenan  $ae^*$  colapsarán al romperse y evaporarse los  $ae^*$ . De esta manera el perfil de concentración entre la zona interna y externa de la matriz vegetal será cada vez menos pronunciado a medida que pasa el tiempo, hasta que eventualmente al agotarse los  $ae^*$ , el perfil de concentración de los mismo en el interior de los poros se hará prácticamente plano.

Por otro lado la transferencia de los aceites esenciales hacia la corriente ascendente de vapor, se puede interpretar mediante la teoría de película, entre la concentración de la boca del poro  $C^*$  y la corriente principal, cuya concentración de aceite esencial es  $C$ (fig. 1.10).

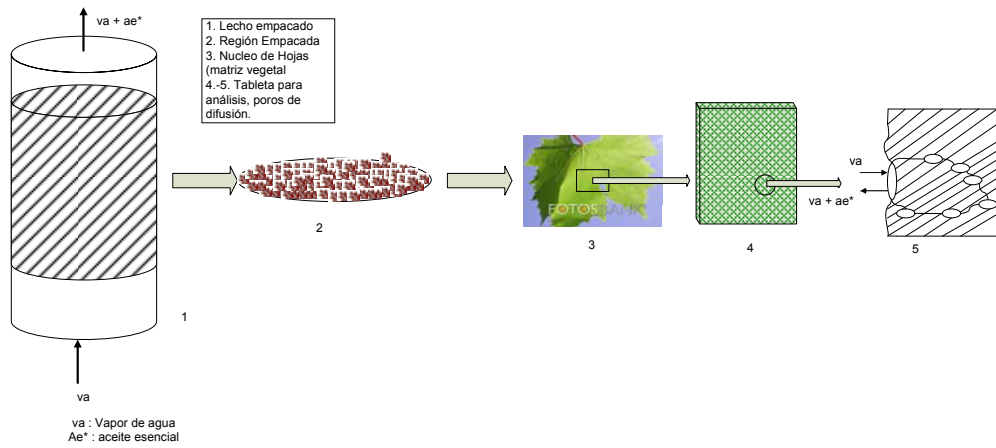


Fig.1.8 : Esquema simplificado del análisis

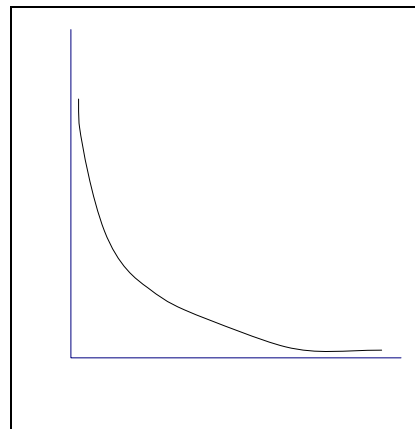


Fig. 1.9 : Caída de la concentración de aceite esencial en función del tiempo

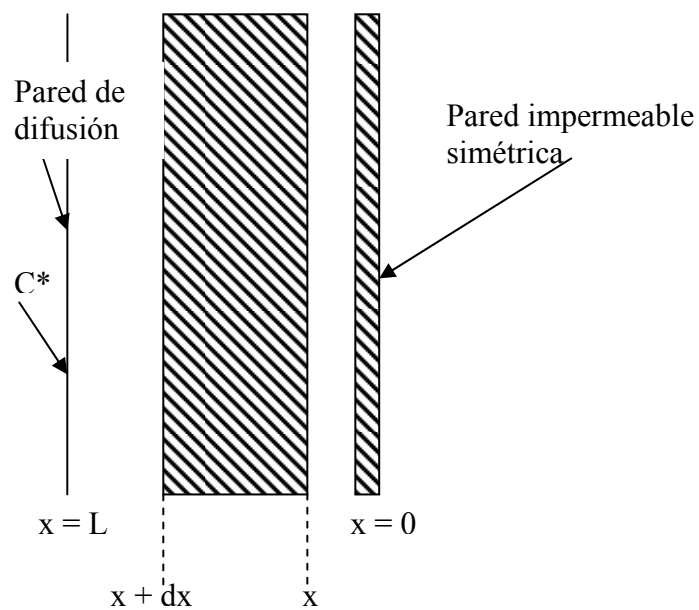


Fig. 1.10 : Modelo simplificado de la transferencia de aceites hacia el vapor

## 1.4.2. Descripción de los equipos utilizados a nivel industrial

### 1.4.2.1. Secador:

A nivel industrial se utilizan diversos tipos de secadores; describimos a continuación los más usados(19) :

- Secador de dos plantas: En la planta inferior se halla una fuente de calor; ascendiendo, desde ella el aire caliente, ya sea por convección libre o forzada, pasando por una malla hacia la parte superior, donde está, en bandejas cribadas, la materia vegetal húmeda, esparcidas a un espesor de 0.2 a 0.1 m. El aire húmedo sale al exterior por una chimenea en la parte superior del secador (fig. 1.11a).
- Secador de Bandejas, cabinas o compartimientos: Consisten, principalmente, de una cabina con unas bandejas en su interior, donde se deposita el material vegetal húmedo; El Aire es impulsado al interior por un ventilador, y su flujo puede ser regulado. Asimismo el aire se puede calentar por un quemador a gas o petróleo, serpentines que conducen vapor, o en el caso de los más pequeños, resistencias eléctricas. La velocidad de aire usual es, en los de flujo transversal de 2 a 5 m/seg, mientras que en los de flujo ascendente,  $0.25$  a  $1.25 \text{ m}^3/\text{s}/\text{m}^2$  de bandeja (fig. 1.11b).
- Secador de Túnel: La ventaja que presentan estos equipos es la posibilidad del secado semi continuo, asegurando, de esta forma una gran capacidad de producción. Se trata,

fundamentalmente, de un túnel, por donde pasan vagonetas, donde se depositan bandejas de madera, malla metálica u otros, y estos van pasando por el túnel, de tal forma que mientras en un extremo entra una vagoneta con el material húmedo, en el otro lado sale una vagoneta con material seco. La circulación de aire en el túnel se lleva a cabo mediante ventiladores, siendo la velocidad del mismo de 2.5 a 6.0 m/s. Hay secadores de túnel de flujo de aire concurrente (fig. 1.11c) y de flujo de aire contracorriente (fig. 1.11d).

- Secador de flujo Transversal: La corriente de aire caliente proviene de los costados; hay algunos que suministran el calor desde un solo lado del túnel, sin embargo, los más convenientes son los que lo suministran desde ambos lados y a lo largo del mismo. Las ventajas de este tipo de equipo es que se puede conseguir un buen control, ya que dispone de calentadores de aire entre las distintas fases, además de tener una frecuencia de cambio de dirección del aire, con lo que el producto obtenido es uniforme. Las desventajas es que su funcionamiento y mantenimiento es más costoso (fig. 1.12a).
- Secador de cinta transportadora: Es similar al de túnel, solo que las vagonetas se ven reemplazadas por una cinta transportadora. Respecto a la ventilación, pueden utilizar cualquiera de los mecanismos ilustrados, sin embargo, el más utilizado es el flujo vertical, en el cual aire atraviesa la cinta y el lecho de materia vegetal, el primer modelo

mostrado presenta solamente una cinta (fig. 1.12b), sin embargo hay modelos que pueden presentar varias (fig. 1.12c). Algunas de las características de estos equipos es que son convenientes para volúmenes de material de medianos a grandes, obteniendo una humedad relativa de 10% a 15%, asimismo se consiguen altas velocidades de secado, siendo primordial para un adecuado funcionamiento que el producto esté bien subdividido para poder tener un buen flujo de aire a través del lecho.

#### *1.4.2.2. Hidrodestilador :*

Emplean el calor para generar el vapor, usualmente tienen forma cilíndrica y tienen un flujo natural, es decir el flujo de vapor no es forzado. En el caso de la hidrodestilación se sugiere que el cilindro sea un poco más alto que su diámetro, asimismo, la tapa del cilindro, de cuyo centro sale el tubo que conduce hacia el condensador, debe ser cerrada herméticamente. Usualmente, los equipos utilizados para hidroextracción no superan los 1000 L de capacidad. La retorta que conduce el vapor por el hidrodestilador suele ser de diversos materiales según el tipo de trabajo a efectuar, sin embargo se prefiere que sea de acero inoxidable. En el fondo del mismo se coloca la criba que va a soportar el material a destilar.

Debajo de la parrilla o criba, se encuentra el tubo de entrada de vapor, cuidando que entre el fondo y el tubo la distancia sea lo suficientemente grande, como para que se produzca aquí la condensación de agua. La distribución del vapor se asegura por la disposición en espiral o en cruz, de la prolongación del tubo alimentador, que tiene también, una serie de agujeros chicos en la parte superior y a lo largo del mismo, dándole así uniformidad a la distribución. En el fondo de la retorta, hay una válvula de drenaje de capacidad suficiente como para permitir que cualquier cantidad de agua que se condense dentro de la carga y gotee hacia el fondo, pueda ser extraída durante la destilación.

Como se dijo anteriormente, el hidrodestilador debe de ser hermético, cuidando de que la carga vegetal no esté muy comprimida, pudiéndose hacer separaciones, por medio de patas de la carga que este más abajo; todo esto para lograr una correcta

difusión del vapor en el lecho, evitando de esta forma que el vapor fluya por las paredes del hidrodestilador.

Es por esta misma tendencia del vapor a fluir por las partes que ofrecen menos resistencia, que no se recomienda el uso de cestos de malla, que puedan facilitar el flujo de vapor por las paredes del destilador, sin embargo si se desea el uso de cestos, se sugieren el uso de cestos de metal sin agujeros,

pero con el fondo perforado. El uso de cestos es muy útil a la hora de descargar el material agotado.

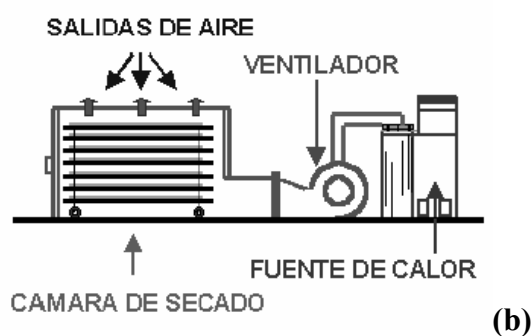
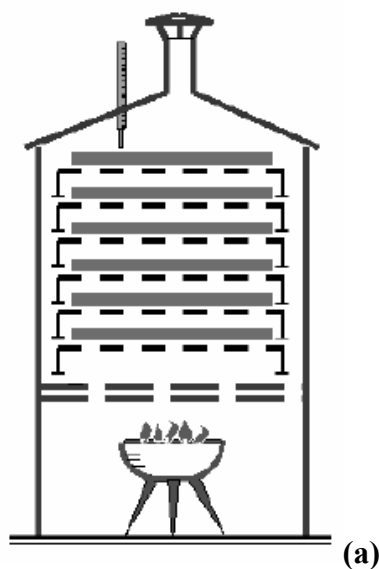


Fig 1.11: (a) Secador de dos planta,. (b) Secador de Bandeja,. (c) Secador de túnel con flujo concurrente, (d) Secador de túnel con flujo contracorriente



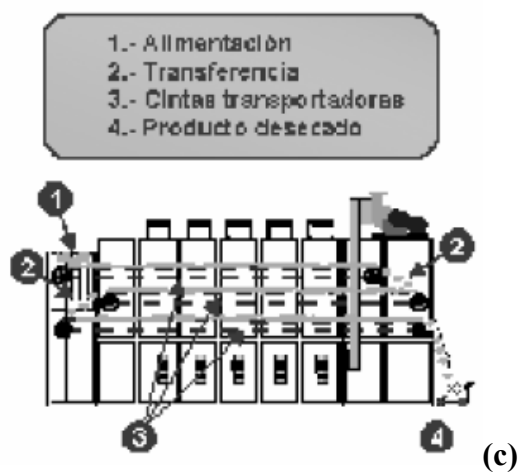
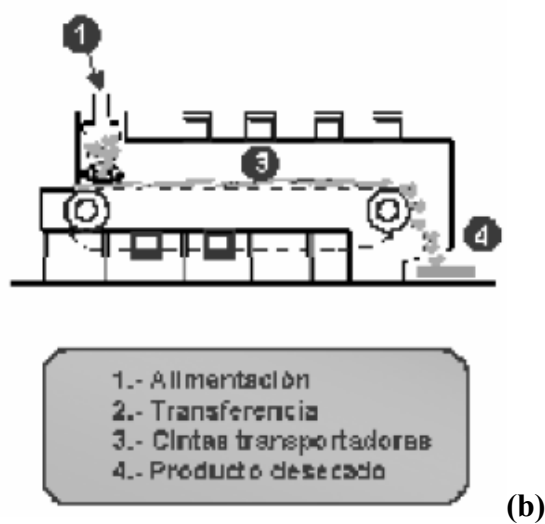
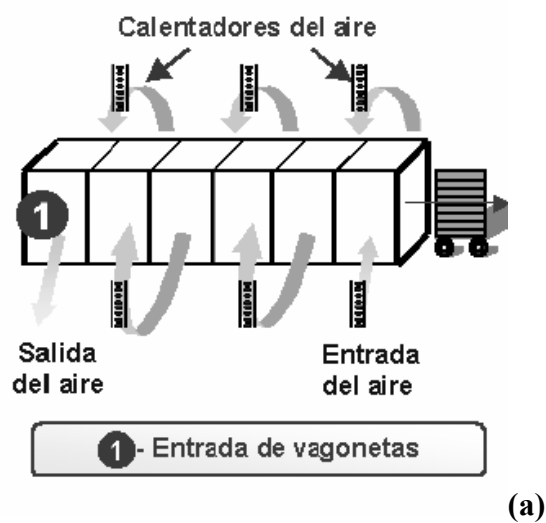


Fig. 1.12 : (a) Secador de Flujo transversal, (b) Secador de banda transportadora de una banda, (c) Secador de banda transportadora múltiple

#### *1.4.2.3. Condensador:*

El condensador recibe todos los vapores que salen de la columna. La capacidad del condensador es a menudo determinante para la capacidad total del sistema de destilación; Los vapores recibidos consisten, en nuestro caso en particular de vapor de agua y un componente adicional, que sería el aceite esencial(20).

El condensador está a continuación del hidrodestilador; los más utilizados son aquellos que consisten en un serpentín que se hunde en un tanque con agua; sin embargo también se pueden usar los que son un intercambiador de calor de doble tubo, en el que el agua entra a contracorriente.

La longitud y diámetro varía según el flujo a enfriar, asimismo, se debe tener en cuenta que el agua a usar debe de ser potable o blanda, en todo caso se puede usar recirculación de agua mediante un sistema de enfriamiento.

Algunas configuraciones de condensadores encontrados en la literatura son (21):

- Condensación dentro de tubos; Flujo vertical hacia abajo: los diámetros nominales de tubos son de 19 – 25 mm, y hasta 50 mm para minimizar las caídas de presión críticas. Los tubos permanecen mojados con condensado, el que ayuda a retener los ligeramente solubles del vapor. A presiones de operación bajas, se debe de requerir de tubos más largos; para minimizar la caída de presión; esto puede tener el efecto de

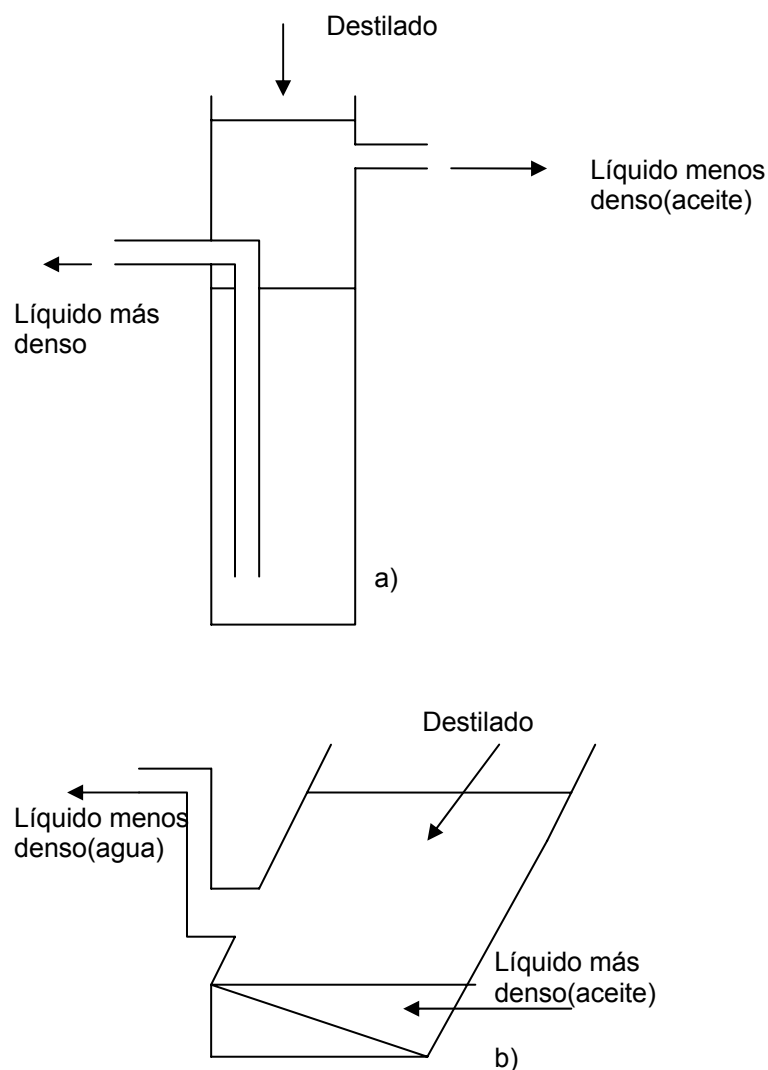
un incremento sustancial del área de transferencia de calor. La desventaja de esta configuración es en el caso del encalichamiento en el lado del fluido enfriador, ya que el lado de la coraza es más difícil de limpiar.

- Condensación dentro de tubos; Flujo vertical hacia arriba: Es utilizado normalmente para propósitos de reflujo cuando el retorno de un condensado caliente es requerido. Estas unidades trabajan como condensadores parciales. No es el tipo de configuración con la que podríamos trabajar en aceites esenciales.
- Condensación fuera de los tubos verticales: Este arreglo requiere de una cuidadosa distribución del fluido enfriador en cada tubo, además de una bomba para retornar el fluido calentado a una torre de enfriamiento o traerlo de otra fuente. La ventajas son al alto coeficiente de transferencia de calor en el lado frío, y la facilidad de la limpieza.
- Condensación dentro de tubos horizontales: Esta configuración es usualmente empleada en enfriadores de aire.

#### *1.4.2.4. Tubo Florentino :*

Es un envase especial, cuya función es dejar pasar el agua floral y al mismo tiempo, atrapar el aceite. Hay de dos tipos, los que son para aceites ligeros, donde el agua va hacia el fondo y discurre por una salida, y los que son para aceites pesados,

donde el aceite cae. El tipo de vaso florentino que se utiliza para este procedimiento es el que mostramos en la figura 1.13:



*Fig. 1.13: Diagrama de separador Florentino (a), Para separar aceites con densidad inferior al agua; (b) Para separar aceites con densidad superior a la del agua.*

La mezcla del condensado vapor – aceite cae en el envase, y por diferencia de densidades, el menos denso (en este caso, el aceite) queda en la parte superior del envase, mientras que el más, el agua, cae al fondo y sale por un rebosadero.

## 1.5 PURIFICACIÓN DE LOS ACEITES POR FRACCIONAMIENTO AL VACÍO

### 1.5.1 Introducción

Según Stuart (22) La destilación bajo un vacío moderado, es aquella en la que la presión del sistema es inferior a la atmosférica, pero lo suficientemente alta como para que el camino libre promedio abierto a las moléculas de vapor sea relativamente pequeña respecto al espacio destilante y el espacio condensante.

Arbitrariamente, se define, como vacío moderado aquel que se extiende desde 200 a 0.1 mmHg. En esta región los vapores se comportan como si estuvieran a presión atmosférica, con un cambio gradual hacia la idealidad.

La ventaja principal de destilar bajo condiciones de vacío moderado, es la reducción de los puntos de ebullición; por ejemplo, el cambio del punto de ebullición del benzaldehído se muestra en la figura 13; se observa que la disminución es mucho mayor a presiones bajas; esto es porque la presión de vapor varía con la inversamente logarítmica con respecto a la temperatura absoluta.

En los laboratorios, la destilación bajo un vacío moderado es utilizada para remover solventes de mezclas reactivas, o reducir la concentración de un solvente al mínimo sin exponer el soluto a temperaturas excesivas.

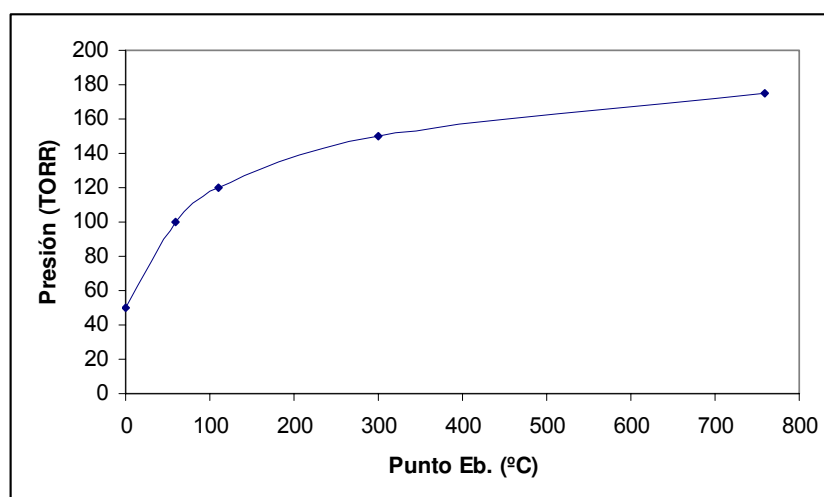


Figura 1.14: Variación del punto de ebullición del benzaldehído con la presión

### 1.5.2. Torres de Destilación

Zambrana (23) Cuando se tienen columnas trabajando en condiciones de vacío, la caída de presión se transforma en un parámetro importante ya que su valor es significativo frente al de la presión de trabajo. Para este tipo de operación las columnas empacadas ofrecen ventajas considerables frente a las de platos. La caída de presión y la retención de líquido son en general menores, disminuyendo el riesgo de descomposición de los compuestos térmicamente sensibles.

A diferencia de lo que ocurre en una columna de platos, en una columna empacada el contacto líquido-vapor es continuo y el proceso se trata desde un punto de vista cinético y no de equilibrio. Sin embargo, se puede hacer el diseño asumiendo que en una determinada altura de empaque se consigue el cambio de composición equivalente a una etapa de equilibrio.

De esta manera, la columna sería equivalente a un número dado de etapas teóricas. La altura en la que se realiza el cambio en

una etapa es la llamada “altura equivalente de plato teórico” y es función de las características del empaque, del flujo y de las propiedades físicas del líquido. La altura total de la columna será igual al producto del número de etapas teóricas y la altura equivalente de plato teórico.

Dado que la destilación es un proceso físico de separación que utiliza el potencial o diferencia de los puntos de ebullición, término equivalente a la diferencia de presiones de vapor y a la diferencia de concentraciones entre fases, la destilación será más fácil cuanto mayor sea esta diferencia. Un parámetro que determina este potencial es la **Volatilidad Relativa** ( $\alpha_{i,j}$ ) que expresa la volatilidad relativa del componente  $i$  respecto al componente  $j$  de referencia y se define por (23)

$$\alpha = K_i / K_j \quad (1-1)$$

Mientras que  $K$  estaría definido como:

$$K_i = y_i / x_i \quad (1-2)$$

,donde  $K_i$  y  $K_j$  son razones de equilibrio

En el caso de que existiera alguna desviación de la idealidad en la solución, la volatilidad relativa se corrige por el factor del coeficiente de actividad:

$$\alpha_{ij} = \gamma \frac{P_i}{P_j} \quad (1-3)$$

$\gamma$  = coeficiente de actividad

$P_i, P_j$  = presiones de vapor.

Por lo general la destilación fraccionada de aceites esenciales se lleva a cabo en columnas de destilación discontinuas que operan por lotes en las que las operaciones establecidas son las siguientes: carga del lote, calentamiento del lote, destilación a reflujo total, destilación a reflujo parcial, separación de los cortes, descarga del residuo y carga del siguiente lote.

El método de Fenske – Underwood – Gilliland (FUG) o método simplificado para el diseño de columnas de destilación continua es un ejemplo de los varios existentes para el cálculo del número mínimo de etapas de equilibrio, la razón de reflujo mínimo y el número de etapas de equilibrio requeridas.

La ecuación de Fenske calcula el número mínimo de etapas de equilibrio necesarias para la separación especificada de los componentes claves (liviano y pesado), la que es expresada de la siguiente manera (24)

$$n + 1 = \frac{\text{Log} \left[ \left( \frac{x_a}{x_b} \right)_d \left( \frac{x_b}{x_a} \right)_s \right]}{\log \alpha_{av}} \quad (1-4)$$

Donde:  $n$  : Número de platos requeridos en la columna,  $x_a$  = Fracción molar de componente liviano,  $x_b$  = Fracción molar de componente pesado,  $\alpha_{av}$ : Volatilidad relativa promedio de la mezcla.

Sufijo  $d$  = Relación de fracciones en el destilado.

Sufijo  $s$  = Relación de fracciones en el fondo.



Para determinar la razón de reflujo mínimo para la separación específica de los componentes claves se puede utilizar la ecuación propuesta por Underwood. Cuando todos los componentes de la alimentación se distribuyen tanto en el producto destilado como en el producto de fondo la separación se clasifica como una separación de clase 1. Para una separación de clase 1 se tiene :

$$R_{\min} = \frac{1}{(\alpha - 1)} \left[ \frac{x_d}{x_f} - \alpha \frac{(1 - x_d)}{(1 - x_f)} \right] \quad (1-5)$$

$R_{\min}$  = Reflujo mínimo.

$\alpha$  = Volatilidad Relativa

$x_d$  = Concentración de componente referencia en destilado.

$x_f$  = Concentración de componente referencia en alimentación

El número de etapas de equilibrio necesarias para la separación específica se puede determinar por la correlación empírica de Gilliland. Una de sus formas es:

$$y = 0.75 - 0.75x^{0.5668} \quad (1-6)$$

$$y = \frac{N - N_m}{N + 1}; x = \frac{(L/D) - (L/D)_{\min}}{(L/D) + 1} \quad (1-7)$$

$L$  = Flujo de líquido que regresa a la torre

$D$  = destilado total generado

En esta ecuación:

$$y = R - R \min R + 1$$

Para el cálculo del diámetro de la columna de destilación existe el método gráfico del gradiente de presión para torres empacadas. La abscisa está dada por la siguiente expresión :

$$\frac{L}{V} = \frac{\rho_G}{\rho_L} \quad (1-8)$$

Donde  $L$  es la velocidad molar de reflujo,  $V$  es el flujo molar del vapor que sale de la cabeza de la columna,  $\rho_G$  y  $\rho_L$  son las densidades del vapor y líquido respectivamente. De acuerdo al tipo de empaque elegido se puede determinar la velocidad específica de diseño  $G$  que se encuentra en la ordenada.

$$\frac{CG^2 F \nu^{0.1}}{\rho_G (\rho_L - \rho_G)} \quad (1-9)$$

Donde:

$F$ : Factor de relleno.

$\nu$  : Viscosidad del líquido.

$\rho_G$ ;  $\rho_L$ : Densidades del gas y del líquido.

$C$  : Factor del conversión.

y  $G$  : Velocidad específica del gas.

El área de sección transversal requerida para la columna es:

$$A = \frac{W_v}{G} \quad (1-10)$$

Donde:

$W_v$  = Flujo de vapor

y  $A$  = Area de sección transversal.

La altura del empaque de una columna se calcula en base al número de etapas de equilibrio teóricas y a la altura equivalente de empaque o relleno (Height Equivalent to one Theoretical Plate), lográndose buenos resultados. Algunos valores de referencia industrial que se emplean para los rellenos son los que se muestran en la tabla 1.8:

Tabla 1.8 : Rellenos de torres y sus Altura equivalente de empaque de relleno  
(fuente : “Laboratory Manual of Batch Distillation”, Zuideweg).

Tipo de Relleno/Aplicación	H.E.T.P.(m)
25mm de diámetro	0.46
38mm de diámetro	0.66
50mm de diámetro	0.9
Absorción	1.5-1.8
Columnas de diámetro pequeño <0.6 m	Diámetro de la Columna
Columnas a vacío	Valores anteriores + 0.1 m

En la operación misma de purificación del aceite crudo, se introduce al Calderín una carga de líquido y se lleva primeramente el sistema al estado estacionario con reflujo total. Luego, se retira en forma sucesiva una porción del producto superior, de conformidad con la norma de reflujo establecida. Se hacen cortes, pasando a acumuladores alternos y en esos instantes se puede modificar las condiciones operacionales. Toda la columna funciona como una sección de enriquecimiento. A medida que transcurre el tiempo, la composición del material que se destila se va haciendo cada vez menos rica en el componente más volátil y se detiene la destilación de un corte cuando el destilado combinado alcanza la composición promedio que se desea.

### 1.5.3. Bombas de Vacío

Stuart(22) Menciona 2 tipos de bombas de vacío, las que generan mediante succión de agua y los bombas de aceite. Los aspiradores de agua usualmente generan un vacío de 10 -30 mmHg; la presión que se puede alcanzar depende de la presión atmosférica, la temperatura y presión del agua, así como de la condición de la bomba. Debido a la posibilidad de fluctuaciones en la presión del agua, una trampa debe de ser conectada entre el receptor y la bomba, para prevenir flujo de retorno hacia el receptor.

En el manejo de sustancias muy volátiles, se debe de ubicar una trampa enfriadora entre el receptor y el aspirador, para prevenir pérdida de destilado, si hay vapores corrosivos involucrados, un aspirador de vidrio sería lo más recomendable o una trampa química conveniente para este caso.

### 1.5.4. Trampas de Vapor

En este caso, se recurre a diseños más bien simples, al trabajar a una presión moderada. En el caso de estos diseños, el tratamiento matemático es más bien dócil (Hecker) (25). Por ejemplo en el caso del cálculo aproximado del flujo en un diseño mostrado en la figura 1.16, los cálculos se harán asumiendo que el gas viaja de forma igual en dos caminos paralelos alrededor de cada lado del receptáculo frío. Para un canal de perfil irregular:

$$W = \frac{3\sqrt{2\pi}}{16} \frac{Hl}{A^2} \quad (1-11)$$

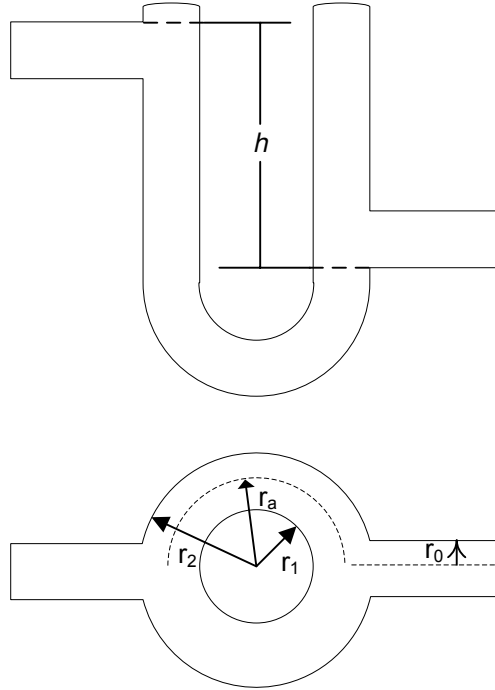


fig. 1.15: Diseño de Trampa de Vapor

La longitud axial alrededor de cada lado es calculado utilizando el radio promedio:

$$r_{av} = \frac{r_2 + r_1}{2} \quad (1-12)$$

Dando  $l = \pi r_{av}$ . El perímetro  $H$  puede ser aproximado asumiendo el canal como invertido a través de los lados  $h$  y una base  $(r_2 - r_1) = \Delta r$ . O  $H = 2h + \Delta r$  y el área se puede asumir como el área de sección  $h(r_2 - r_1)$  o  $A = h \Delta r$ .

Según Hecker:

$$F = \frac{1}{W\sqrt{\rho_1}} = \frac{16}{3\sqrt{2\pi\rho_1}} \frac{A^2}{Hl} \quad (1-13)$$

Evaluando el factor:

$$\frac{A^2}{Hl} = \frac{h^2 \Delta r^2}{(2h + \Delta r) \pi r_{av}} \quad (1-14)$$

Por lo tanto, para aire a 25 °C :

$$F_t = 19800 \left[ \frac{h^2 \Delta r^2}{(2h + \Delta r) r_{av}} \right] \quad (1-15)$$

En centímetro cúbicos por segundo. Desde que este es el flujo alrededor de un lado, solamente, el flujo total para dos caminos paralelos será el doble de esta cantidad.

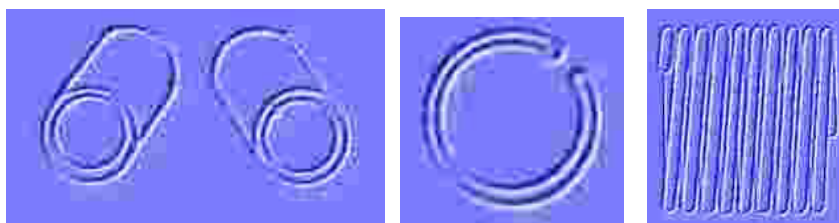
Sustituyendo los valores numéricos indicados convirtiendo a litros por segundo, obtenemos:

$$F_t = 39.6 \left[ \frac{h^2 \Delta r^2}{(2h + \Delta r) r_{av}} \right] \quad (1-16)$$

#### 1.5.5. Diseño de Columna Batch a escala Banco o Laboratorio

Según J. Zuiderweg (26), la construcción de una columna empacada es relativamente sencilla; sin embargo, el soporte para dicho material debe ser cuidadosamente construida desde que un diseño erróneo puede ser perjudicial para el rendimiento de la torre. Se debe tener cuidado en que el líquido que fluye hacia abajo lo haga sin mojar el vapor ascendente. El material de

empaques para la columna debe ser relativamente pequeño. En la figura 15 se muestran algunos tipos de empaques.



(a)

(b)

(c)

*Fig. 1.16 : (a) Anillos Rashig, (b) y (c) Hélices Fenske, de una sola vuelta(b) y de de varias vueltas(c)*

De todos los materiales existentes, las hélices de Fenske son únicas que pueden ser hechas tanto de vidrio, como de metal.

## CAPITULO II



## CAPITULO II

### PARTE EXPERIMENTAL

#### 2.1 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

##### 2.1.1. Materiales y reactivos

###### Equipo de acero Inoxidable

El extractor de aceites esenciales consta de:

1. Generador de Vapor (fig. 2.1).
2. Columna empacada (fig. 2.1).
3. Condensador (fig. 2.1).
4. Tubo Florentino.

El fraccionador de aceites esenciales consta de :

1. Generador de vapor (fig. 2.2).
2. Balón de vidrio de 3 bocas (fig. 2.2).
3. Columna empacada (fig 2.2).
4. Condensador de vidrio (fig. 2.2).
5. Matraz de vidrio para recepción de muestra (fig. 2.2).
6. Vacuómetro (fig. 2.4).
7. Trampas de vapor (fig. 2.4).
8. Bomba de Vacío (fig. 2.5).

###### Equipo de Vidrio

1. dos probetas de 100 mL.
2. una probeta de 200 mL.
3. Una pera de decantación.
4. Envases de vidrio color ámbar.

#### Equipos accesorios

1. Cocina eléctrica de 1500 Watts.
2. Molino artesanal.
3. Cronómetro digital.
4. Balanza (capacidad 10 Kg).
5. Secador.

#### Materia Prima

1. Cáscara de naranja obtenida de los puestos de expendio de jugos de naranja.

#### Reactivos:

1. Agua Potable
2. Agua desionizada

### **2.1.2. Diagrama de Flujo de el Proceso**

**(ver figura 2.1)**

### **2.1.3. Recolección y tratamiento de la materia Prima**

La muestra fue recolectada de diferentes puestos de expendio de jugo de Naranja de la ciudad de Lima, el tratamiento que se dio se muestra a continuación:

### *2.1.3.1.Recolección:*

Nuestra materia prima, la cáscara de naranja es obtenida en tiras de los puestos de expendio de jugo de naranja (fig. 2.2), estos puestos suelen tener como desecho estas cáscaras, además de restos de fruta exprimida, los cuales son puestos como basura, incrementando, de esta forma la carga ambiental, además de constituir un elemento contrario al ornato de la ciudad.

En los lugares que se visitaron, siendo un total de 20 (tabla 2.1), se tuvo un promedio de cáscara fresca producida de 7 Kg./día, haciendo de esta forma un total de 140 Kg.. En Lima se estima que hay por encima de 500 puestos de expendio de esta naturaleza, sin contar aquellos puestos que no son considerados ambulantes.

La recolección se ve facilitada ya que es usual que separen las cáscaras de naranja del resto de desechos, sin embargo hay casos en los que no fue así, de esta forma se tiene que separar las cáscaras de otros desechos, como son cañas para sorber jugo, restos de fruta, entre otros, la separación es de forma manual, siendo esta facilitada por el tamaño de los desechos encontrados.

Tabla 2.1 : Puestos de Expendio visitados y peso de cáscara obtenido por puesto.

Ubicación	Peso cáscara de naranja (Kg./día)
Esq. Av. Ven. Y Univ.	9
Esq. Av. Ven. Y Univ.	10
Esq. Av. Univ. Y .Riva Agüero	5
Metro La Marina	7
Cuadra 35 La Marina	6
Av. Venezuela (Palomino)	8
Av. Venezuela c/ Faucett	6
Av. Universitaria c/ 28 Julio	8
Av. Univ. c/ La Marina	7
Av. Univ. c/ La Marina	6
Mercado Av. Faucett (Sn. Miguel)	5
Mercado Av. Faucett (Sn. Miguel)	6
IPAE (Av. Universitaria c/ La Mar)	8
Terminal Fiori	7
Terminal Fiori	9
Esq. Hospital Loayza	6
Av. Washington con Uruguay	5
Puerta Principal UNI	8
Av. Habich c/ Túpac Amaru	6
Av. Bolivia c/ Alf. Ugarte	5
PROMEDIO	7

#### 2.1.3.2. Tratamiento de la materia prima

Las tiras son dispuestas en las bandejas de un secador a una temperatura de 40°C por 24 horas(27), una vez seca, las cáscaras quedan en tiras muy frágiles, lo que facilita su molienda (fig. 2.3 y 2.4), la cual fue llevada a cabo con un molino de quijada, al que se le hizo algunas modificaciones para obtener el tamaño de partícula adecuado donde son molidas hasta alcanzar un tamaño aproximado de 4 mm. en promedio, (fig. 2.4). Debido a que las cáscaras de naranja secas son higroscópicas, se debe proceder a la extracción inmediatamente después de la molienda.

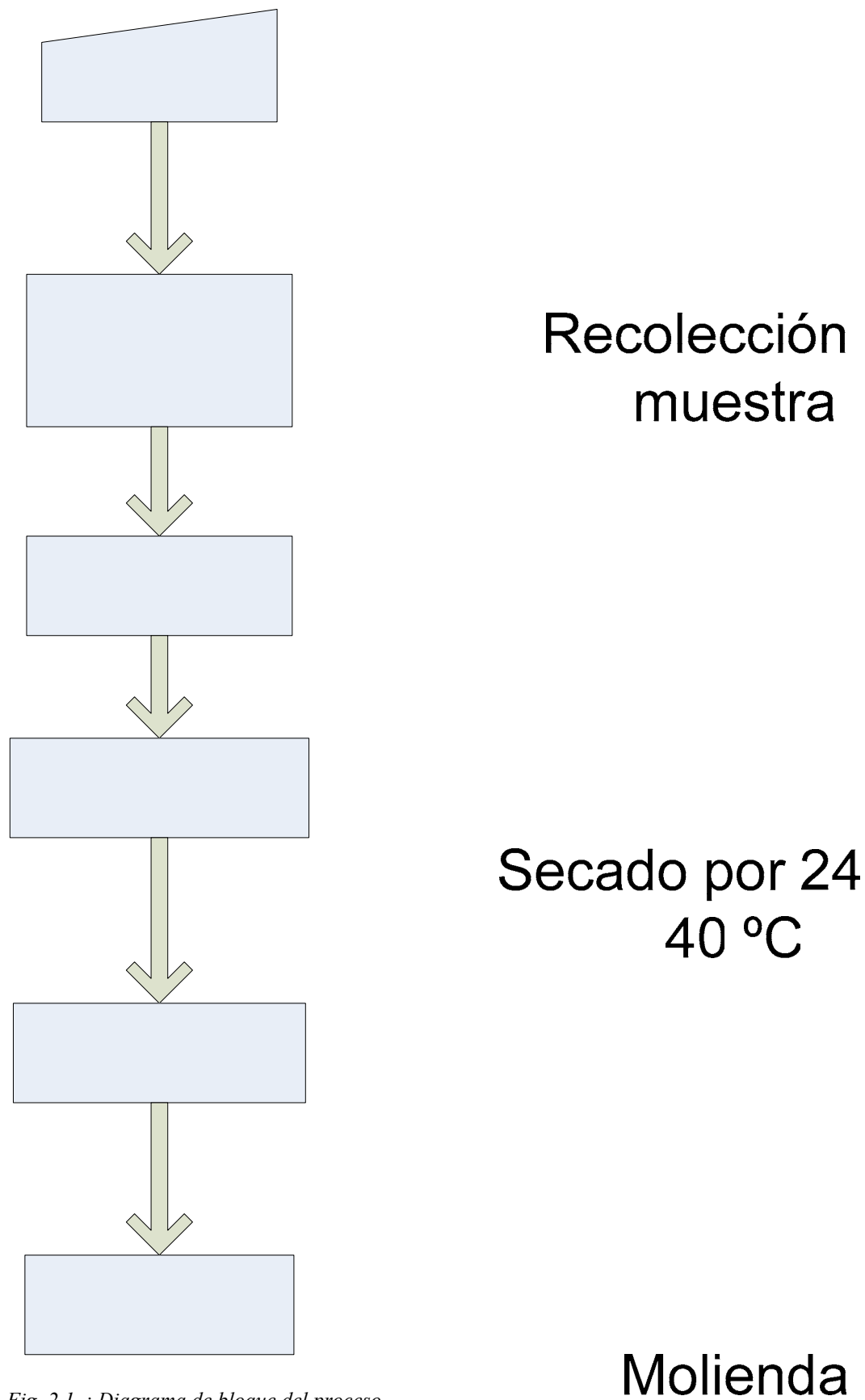


Fig. 2.1 .: Diagrama de bloque del proceso.

Durante el secado las cáscaras pierden de 61.6% a 52.6% de su peso, obteniéndose un promedio de 58.2% (cuadro N°2.2)

Tabla N°2.2 : Peso perdido de la cáscara fresca en el Secado.

Peso Muestra Fresca (g.)	Peso Muestra Seca (g.)	%Peso perdido
6145	2360	61.6
6130	2370	61.3
7018	2765	60.6
5370	2390	55.5
3885	1580	59.3
5490	2605	52.6
5180	2140	58.7
4850	2215	54.3
4950	1940	60.8
2870	1080	62.4
2445	1140	53.4
PROMEDIO		58.2



Fig. 2.2 : Puesto de expendio de cáscara de naranja



Fig. 2.3 : Cáscaras de naranja frescas en el secador.



Fig. 2.4: Cáscaras de naranja, secas y molidas

#### 2.1.4. Procedimiento de Hidroextracción

Una vez molida la muestra, se procede a agregar agua en el boiler del hidroextractor (fig. 2.5); Se monta sobre el boiler la columna (fig. 2.5) y se carga esta con la cáscara de naranja molida, procediendo a montar encima de esta misma el condensador (fig. 2.5). Quedando el equipo ensamblado tal como se muestra en la figura 2.7. El conjunto en si se monta encima de la cocina eléctrica de 1500 W, y se colocan soportes para el condensador. Se instala en un soporte universal, el tubo florentino con un pequeño acoplado para evitar pérdidas del producto.

El tiempo se toma a partir de la primera gota de condensado que cae del intercambiador, y se mide la cantidad de aceite obtenido en intervalos de tiempo regulares; esto con el fin de obtener datos para calcular la cinética del proceso.

La separación del aceite esencial se realiza mediante decantación simple, luego se seca y almacena en frascos acaramelados.



Fig. 2.5 : Partes del equipo extractor de aceites esenciales; 1. boiler, 2.columna, 3 condensador.



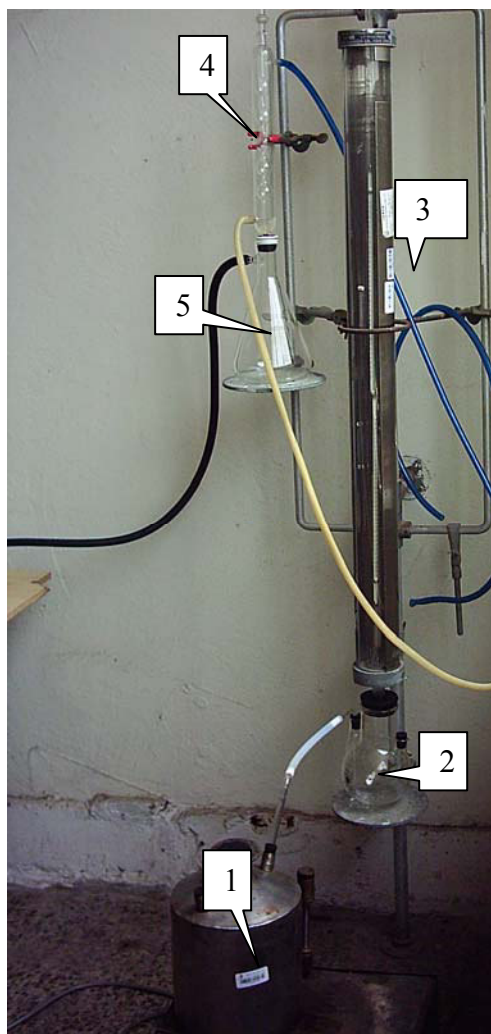


Fig 2.6.: Partes del equipo de purificación; 1. boiler, 2. recipiente de aceite esencial, 3. columna empacada, 4 condensador, 5. matraz receptor de vidrio.



Fig. 2.7: Equipo de hidroextracción ensamblado

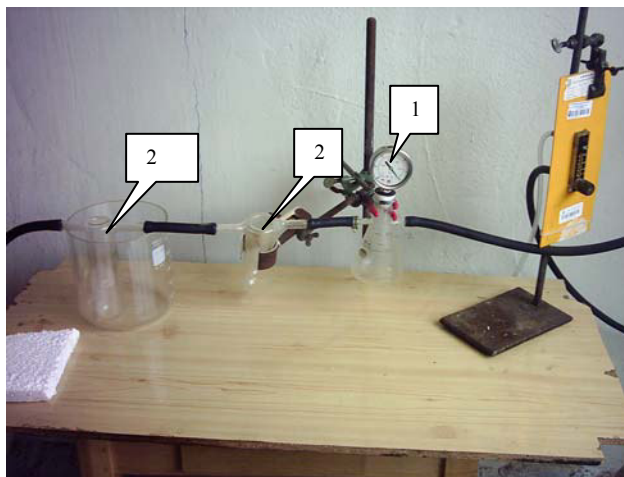


Fig. 2.8: partes del equipo de purificación. 1. vacuómetro, 2. Trampas de vapor



Fig 2.9: Equipo de fraccionamiento : Generador de vacío.

### 2.1.5. Procedimiento de fraccionamiento

El fraccionamiento del aceite se realiza usando aceite crudo. Para este efecto, se carga en el boiler de la columna (fig. 2.6) una cantidad medida de aceite esencial obtenido en el extractor. Por otro lado en el generador de vapor (2.6) se carga agua destilada; y se enciende la resistencia de 1500 W, regulándose la potencia de dicha resistencia a 1200W.

Una vez que se ha asegurado y ensamblado el equipo, como se muestra en la fig. 2.6, se coloca hielo en las trampas de vapor la línea de vacío (fig. 2.8), esto para condensar cualquier vapor que llegue a la línea de vacío, y se enciende el generador de vacío, (fig. 2.9). El tiempo se toma a partir la del primera gota que cae en el receptor de muestra (fig. 2.6) y se va midiendo, a intervalos de tiempo regulares, la cantidad de aceite y de agua destilada.

Cuando se termina la corrida, se apaga primero el generador de vacío. El producto destilado obtenido se separa del condensado por simple decantación. El almacenaje del mismo debe de ser en botellas de color caramelo, tanto para el producto ligero, que se colecta en el matraz de recepción de muestra, como en el de fondo, que ha quedado en el boiler.

El control de la destilación se realiza con la temperatura de cabeza, la cual fluctúa entre 69 y 72°C.

## **2.2. EVALUACIÓN DE LOS EQUIPOS.**

### **2.2.1. Balance de materia y Energía en el Equipo de extracción.**

#### *2.2.1.1 En el equipo de extracción sin cáscara:*

Se determina las pérdidas al medio ambiente en el equipo, utilizando convección libre.

Con este fin, se debe determinar el área del equipo de acero 304.

Se asume, con las medidas de la figura A-3, dos cilindros, uno de 52 cm de alto por 16.5 de diámetro para la torre y otro de 21.3 cm de alto por 21 cm de ancho, para el boiler. De esta forma, tenemos 2 elementos cilíndricos de 0.27 m<sup>2</sup> y de 0.14m<sup>2</sup>,

respectivamente, con una pared de 3 mm de grosor, de esta forma, el volumen del equipo es 1230 cm<sup>3</sup>.

Las pérdida de calor por convección libre para paredes verticales, según Incropera(38), está dada por la ecuación :

$$q = \bar{h}A_s(T_s - T_\infty) \quad (2-1)$$

Donde :

$q$  = Calor transferido.

$\bar{h}$  = Coeficiente de transferencia (W/m<sup>2</sup>K).

$A_s$  = Área de contacto (m<sup>2</sup>).

$T_s$  = Temperatura de superficie (K).

$T_\infty$  = Temperatura del ambiente(K).

Asimismo, el coeficiente de transferencia convectiva, está definido por la siguiente ecuación:

$$\bar{h} = \frac{\overline{Nu}_L \cdot k}{L} \quad (2-2)$$

Donde:

$\overline{Nu}_L$  = Número de Nusselt.

$k$  = Conductividad térmica (W/m\*K) (tablas).

$L$  = Altura de pared(m).

De la misma forma, el número de Nusselt se define en la ecuación siguiente:

$$\overline{Nu}_L = \left\{ 0.825 + \frac{0.387(Ra_L)^{1/6}}{\left[ 1 + (0.492 / Pr)^{9/16} \right]^{8/27}} \right\}^2 \quad (2-3)$$

Donde :

$Ra_L$  = Número de Rayleigh para el aire.

$Pr$  = Número de Prandtl para el aire (tablas).

Finalmente, el número de Rayleigh:

$$Ra_L = \frac{g\beta(T_s - T_\infty)L^3}{\alpha\nu} \quad (2-4)$$

Donde :

$g$  = Aceleración de la gravedad(m/s<sup>2</sup>).

$\beta$  = Inversa de la temperatura promedio (K<sup>-1</sup>).

$\alpha$  = Coeficiente viscoso (m<sup>2</sup>/s-tablas).

$\nu$  = Viscosidad cinemática (m<sup>2</sup>/s-tablas).

Datos medidos en el sistema :

$T_s$  (Boiler) = 98°C

$T_s$  (Torre) = 90°C.

$T_\infty$  = 20°C

**Para el Boiler :**

Se calcula el calor perdido, siendo los factores:

Temperatura promedio : 59°C

$\alpha = 26.2 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$

$\nu = 18.41 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$

$\beta = 3.012 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1}$

$Pr = 0.704$

$k = 28.15 \times 10^{-3} \text{ (W/m}^{\circ}\text{K)}$

Reemplazando en (2-4):

$$Ra_L = \frac{9.8 \text{ m/s}^2 \cdot 3.012 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1} (371 - 293) \text{ K} (0.21 \text{ m})^3}{(26.2 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}) (18.41 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s})}$$

$$Ra_L = 4.421 \times 10^7$$

Con el número Rayleigh, se obtiene el Nusselt :

$$\overline{Nu}_L = \left\{ 0.825 + \frac{0.387(4.421 \times 10^7)^{1/6}}{\left[ 1 + (0.492 / 0.704)^{9/16} \right]^{8/27}} \right\}^2$$

$$\overline{Nu}_L = 47.9$$

Finalmente el coeficiente  $\bar{h}$  :

$$\bar{h} = \frac{47.9 \cdot 28.15 \times 10^{-3} (W / m \cdot K)}{0.21 m} = 6.42 W / m^2 K$$

De esta forma, el calor disipado al medio ambiente en el boiler

es :

$$q = 6.42 W / m^2 K \cdot 0.14 m^2 (98 - 20) K = 70.1 W$$

**En la torre :**

Temperatura promedio : 55°C

$$\alpha = 26.2 \times 10^{-6} m^2 / s$$

$$\nu = 18.41 \times 10^{-6} m^2 / s$$

$$\beta = 3.048 \times 10^{-3} K^{-1}$$

$$Pr = 0.704$$

$$k = 28.15 \times 10^{-3} (W / m \cdot K)$$

$$Ra_L = \frac{9.8 m / s^2 \cdot 3.048 \times 10^{-3} K^{-1} (328 - 293) K (0.52 m)^3}{(26.2 \times 10^{-6} m^2 / s)(18.41 \times 10^{-6} m^2 / s)}$$

$$Ra_L = 4.58 \times 10^8$$

Con el número Rayleigh, se obtiene el Nusselt :

$$\overline{Nu}_L = \left\{ 0.825 + \frac{0.387(4.58 \times 10^8)^{1/6}}{\left[ 1 + (0.492 / 0.704)^{9/16} \right]^{8/27}} \right\}^2$$

$$\overline{Nu}_L = 48.4$$

Finalmente el coeficiente  $\bar{h}$  :

$$\bar{h} = \frac{48.4 \cdot 28.15 \times 10^{-3} (W / m^2 K)}{0.52 m} = 2.62 W / m^2 K$$

Luego, el calor disipado al medio ambiente en la torre es:

$$q = 2.62 W / m^2 K * 0.27 m^2 (363 - 293) K = 49.52 W$$

De esta forma el calor perdido al ambiente en el equipo es:

$$70.1 W + 49.5 W = 119.6 W$$

Asimismo, para 1500W suministrados, las pérdidas al medio ambiente son:

$$\left( \frac{119.6 W}{1500 W} \right) * 100 = 7.8 \%$$

Para el acero, según Perry (25) tenemos los siguientes datos:

Calor Específico : 0.12 Cal/g.°C

Densidad : 7.80 g/cm<sup>3</sup>

La capacidad calorífica se obtiene multiplicado el volumen, por la densidad del acero y por el calor específico del acero:

$$C_p^{Equipo} = 1230 cm^3 \times 0.12 Cal / g^{\circ} C \times 7.80 g / cm^3 = 1151.3 Cal^{\circ} C$$

Para una atmósfera de presión, se tiene que:

$$P_e = M_v \lambda_a \quad (2-5)$$

Donde :

$$P_e = \text{Potencia del Equipo (Cal/min)} (1500 W - 119.6 W = 1380.4 W = 19.8 Kcal/min)$$

$$M_v = \text{Flujo de vapor (g/min)}$$

$\lambda_a$  = Calor latente de vaporización del agua (Kcal/g).

Siendo  $\lambda_a = 540 \text{ Cal/g}$  (23)

Se tiene :

$$19.8 \text{ Kcal/min} = M_v (540 \text{ Cal/g})$$

De donde se obtiene un flujo teórico para un hidrodestilador sin pérdidas :

$$M_v = 36.7 \text{ g/min}$$

#### 2.2.1.2. En el equipo con cáscara de naranja cargada:

Para este cálculo se toma como referencia la generación de vapor. Se toma en cuenta el uso de 2 litros de agua destilada, y el calor requerido es tanto calor sensible, el cual es necesario para llevar el agua en el boiler a la temperatura de ebullición, y el calor latente, el cual mantiene el agua en ebullición constante..

De esta forma, el calor total requerido :

$$\text{Calor sensible} + \text{Calor latente} = \text{Calor requerido} \quad (2-6)$$

La ecuación para calor sensible es la siguiente:

$$Q_{\text{sensible}} = C_p W (T_2 - T_1) \quad (2-7)$$

Donde:

$C_p$  : Capacidad Calorífica (Cal/gr.°C)

$W$  : Peso del agua (gr)

$T_1$  : Temperatura inicial (°C).

$T_2$  : Temperatura final (°C).

Mientras que, el calor latente se define como :

$$Q_{\text{latente}} = \lambda_a W \quad (2-8)$$

Donde:



$\lambda_a$  : Calor latente de vaporización del agua.

W : Peso de agua evaporada.

De esta forma, para un volumen inicial de 2L de agua en el boiler, a una temperatura inicial de 25°C:

$$Q_{sensible} = 1Cal / gr^{\circ}C * 2000mL * 1gr / mL * (100^{\circ}C - 25^{\circ}C)$$

$$Q_{sensible} = 150Kcal .$$

Para los flujos obtenidos en el equipo con carga, los flujos de vapor fueron los siguientes:

*Tabla N° 2.4 : Flujo de vapor en las diversas corridas en el extractor con carga.*

Corrida Número:	Flujo de vapor (g/min)
1	5.6
2	8.6
3	18.3
4	8.6
5 y 8	11.7
6	14.4
7 y 11	11.3
9, 14 y 17	11.1
10	7.2
12	6.7
13	11.9
15	10
16	5.1

El flujo de vapor promedio, en el caso del equipo cargado con cáscara de naranja ( $M_{en}$ ) ha sido de 10 g/min. Esto tomando en cuenta solamente la cantidad de condensado obtenido.

Con los datos de flujo de vapor y un tiempo de prueba de 120 minutos, obtenemos la cantidad de calor latente invertido.

Tabla 2.5 : Calores Latentes requeridos en cada corrida

Corrida:	Flujo de vapor (g/min)	Calor Latente (KCal)
1	5.6	363
2	8.6	557
3	18.3	1186
4	8.6	557
5 y 8	11.7	758
6	14.4	933
7 y 11	11.3	732
9, 14 y 17	11.1	719
10	7.2	467
12	6.7	434
13	11.9	771
15	10	648
16	5.1	330
PROMEDIO	10.0	650

Utilizando el flujo promedio:

$$Q_{latente} = 540 \text{ Cal/g} (10 \text{ gr./min}) 120 \text{ min} = 650 \text{ Kcal}$$

De esta forma, se tiene que el calor utilizado, en total, es de :

$$Q_{total} = 650 \text{ Kcal} + 150 \text{ Kcal} = 800 \text{ Kcal}$$

### 2.2.1.3 Pérdidas totales en el equipo:

Con los datos de la tabla N° 2.4 y utilizando el promedio de flujo máximo (36.7 g/min), se puede obtener las pérdidas totales en el equipo:

*Tabla N° 2.6 : Pérdidas de calor en el equipo con carga, comparado con el calor total invertido.*

Flujo de vapor (g/min)	% Pérdidas
5.6	84.7
8.6	76.6
18.3	50.1
8.6	76.6
11.7	68.1
14.4	60.8
11.3	69.2
11.1	69.8
7.2	80.4
6.7	81.7
11.9	67.6
10	72.8
5.1	86.1
Promedio	72.6

Se obtiene un porcentaje de pérdidas de 72.6%, el que se asume como el trabajo invertido en vencer la resistencia del lecho de cáscaras y extraer el aceite.

### **2.2.2. Determinación de la cinética en el procedimiento de Hidroextracción.**

La cinética del proceso ha sido evaluada usando el método diferencial de análisis de datos cinéticos. En el trabajo se ha encontrado que la cinética es de orden cambiante entre cero y primer orden, modelado con una ecuación que guarda analogía con la ecuación de Langmuir.

Se ha obtenido datos de volumen de aceite extraído vs. tiempo, cuya gráfica es típica es mostrada en la figura 2.10:

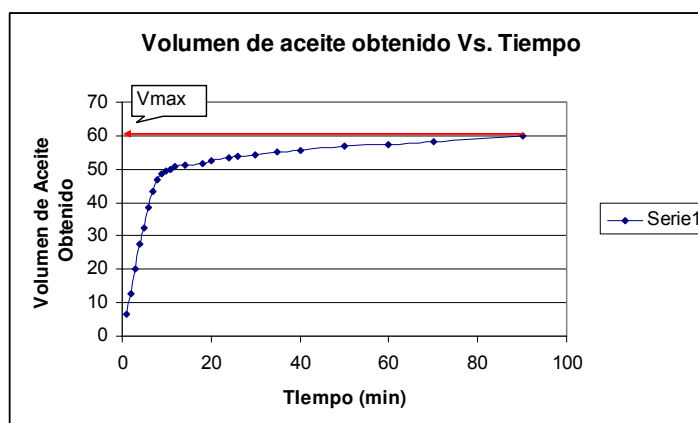


Fig. 2.10. : Gráfica de volumen aceite obtenido Vs. Tiempo, mostrando el volumen de aceite máximo obtenido

De esta forma, con el volumen de aceite, se determina la concentración de aceite en la cáscara de naranja. Asumiendo que se logra extraer el 100 por ciento del aceite esencial contenido en la cáscara, la concentración inicial del aceite en función del peso de cáscara seca se puede definir como:

$$C_{A0} = \frac{V_{MAX}}{W_{CASCARA}} \quad (2-9)$$

Entonces, para obtener la concentración de aceite en un tiempo  $t$ , se aplicó la fórmula:

$$\frac{V_{MAX} - V_t}{W_{CASCARA}} = C_A \quad (2-10)$$

donde:

$V_t$  = Volumen de aceite obtenido en el tiempo  $t$ .

$C_A$  = Concentración de aceite en la cáscara de naranja en el tiempo  $t$ .

Graficando La concentración de aceite en la cáscara  $C_A$  vs.

viempo se obtiene una gráfica de la forma (fig. 2.11):

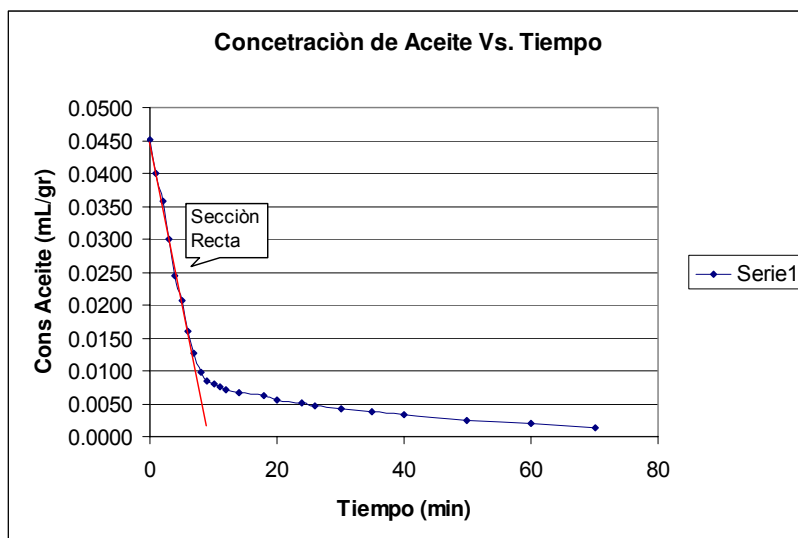


Fig. 2.11 : Gráfica de concentración de aceite en la materia prima vs. Tiempo

Siendo la ecuación propuesta:

$$-r_A = -\frac{dC_A}{dt} = \frac{K_1 C_A}{K_2 + K_3 C_A} \quad (2-11)$$

Invirtiendo :

$$\frac{1}{-r_A} = \frac{K_2}{C_A K_1} + \frac{K_3}{K_1} \quad (2-11b)$$

Finalmente:

$$\frac{1}{-r_A} = \frac{K_2'}{C_A} + K_3' \quad (2-12)$$

Donde :

$$K_2' = K_2 / K_1 \text{ y } K_3' = K_3 / K_1 \quad (2.13)$$

La gráfica de  $\left(\frac{1}{-r_A}\right)$  vs.  $\frac{1}{C_A}$  se ilustra en la figura 2.12. Los

gráficos restantes para estos datos están representados en el

Anexo N°2.:

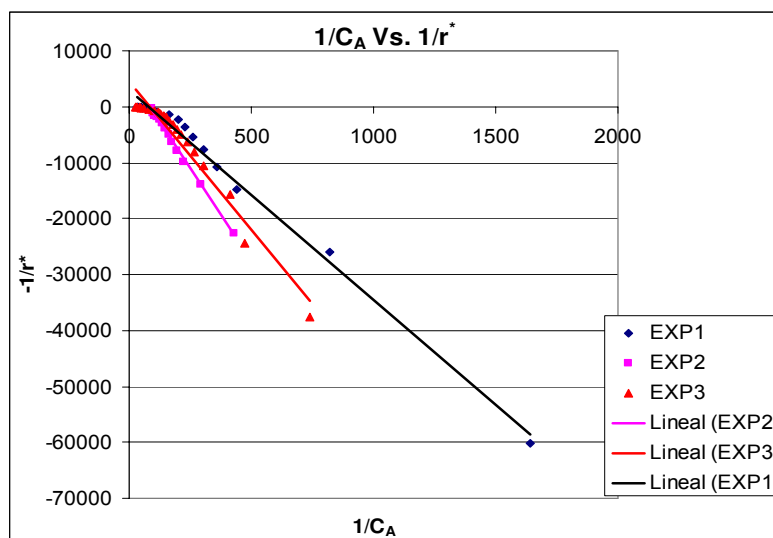


Fig. 2.12 : Ejemplo de gráficos de  $1/C_A$  Vs.  $1/r_A$

Se trabaja con las corridas con las que se ha obtenido los rendimientos más altos. Las corridas empleadas fueron las que se encuentran ilustradas en la tabla 2.7. Las gráficas correspondientes a cada corrida se encuentran en el anexo N°4:

Tabla N° 2.7 : Corridas utilizadas para determinación de la ecuación y porcentaje de aceite obtenido en cada corrida.

N° Corrida	Porcentaje de aceite obtenido (W. Aceite/Mat. Prima)
3	4.51
4	3.39
5	3.76
9	3.85
10	4.25
11	4.61
12	3.88
13	3.98
14	3.28
17	4.91
18	5.28
19	4.24

Tomando el valor promedio de los parámetros se tiene:

$$\left(\frac{1}{-r_A}\right) = -55.8 \frac{1}{C_A} + 3693.8 \dots (2-14)$$

de la ecuación (2-12) y (2-13) se tiene que:

$$K'_2 = -55.8 \quad y \quad K'_3 = 3693.8$$

Obsérvese que  $K'_2$  y  $K'_3$  son valores aparentes(ver ec. 2.13)

Reemplazando en (2-11) :

$$-r_a = -\frac{dC_A}{dt} = \frac{C_A}{-55.8 + 3693.8C_A} \quad (2-15)$$

Siendo esta la ecuación propuesta para la cinética de la extracción del aceite esencial, en función de la concentración.

### 2.2.3. Balance de materia y energía en el fraccionador.

El fraccionador de aceite esencial trabaja a una presión reducida de 265 mmHg. Según las tablas de vapor (25); a estas condiciones se obtiene para el vapor de agua:

$$T_e \text{ (Temp. Ebullición)} = 74 \text{ }^\circ\text{C}$$

Densidad ( $\delta$ ), (Kg/L) :

$$\text{Líquido } \delta_L : 0.98$$

$$\text{Vapor } \delta_V : 0.00023$$

Entalpía ( $H$ ), (Cal/g) :

$$\text{Líquido } H_L : 73.869$$

$$\text{Vapor } H_V : 629$$

Entropía ( $S$ ), (Cal/g  $^\circ\text{C}$ ) :

$$\text{Líquido } S_L : 0.2393.$$

$$\text{Vapor } S_V : 1.8391.$$

2.2.3.1. *Determinación de la densidad del aceite esencial de cáscara de naranja:*

Se empleó como referencia, la norma Técnica **ITINTEC 319.081** (Anexo1.4); los resultados obtenidos fueron los siguientes:

Para el aceite esencial y producto obtenido en el fraccionador:

Tabla N° 2.8 : Densidad de Aceite esencial, a diferentes temperaturas y ubicación.

Temperatura (°C)	Densidad Aceite (g/mL)	Zona de muestreo	Densidad (g/mL)
20	0.843	Fondo (20°C)	0.8334
30	0.834		0.8335
40	0.828	Receptor (20°C)	0.8423
50	0.818		0.8425

2.2.3.2. *Determinación del Flujo teórico de agua en el equipo, en estado estacionario y sin carga de aceite.*

Las pérdidas al medio ambiente se van a determinar en el hervidor de agua, en el boiler y en la torre empacada.

**Hervidor de Agua:**

Es el mismo que usa como Boiler para el hidroextractor; al haber trabajado a 256 mmHg la temperatura de ebullición fue de 74°C.

De esta forma se obtiene:

Temperatura promedio : 47°C

$$\alpha = 26.2 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$\nu = 18.41 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$\beta = 3.125 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1}$$

$$Pr = 0.704$$



$$k = 28.15 \times 10^{-3} \text{ (W/m}^{\circ}\text{K)}$$

Reemplazando en (2-4):

$$Ra_L = \frac{9.8 \text{ m/s}^2 \cdot 3.125 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1} (320 - 293) \text{ K} (0.21 \text{ m})^3}{(26.2 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s})(18.41 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s})}$$

$$Ra_L = 1.59 \times 10^7$$

Con el número Rayleigh, se obtiene el Nusselt :

$$\overline{Nu}_L = \left\{ 0.825 + \frac{0.387(1.59 \times 10^7)^{1/6}}{\left[ 1 + (0.492/0.704)^{9/16} \right]^{8/27}} \right\}^2$$

$$\overline{Nu}_L = 35.6$$

Finalmente el coeficiente  $\bar{h}$  :

$$\bar{h} = \frac{35.6 \cdot 28.15 \times 10^{-3} \text{ (W/m}^{\circ}\text{K)}}{0.21 \text{ m}} = 4.77 \text{ W/m}^2 \text{ K}$$

De esta forma, el calor disipado al medio ambiente en el caso del generador de vapor las pérdidas al ambiente son:

$$q = 4.77 \text{ W/m}^2 \text{ K} \cdot 0.14 \text{ m}^2 (347 - 293) \text{ K} = 36.08 \text{ W}$$

### **Boiler:**

La ecuación del número de Nusselt para geometría esférica es:

$$\overline{Nu}_D = 2 + \frac{0.589 Ra_D^{1/4}}{\left[ 1 + (0.469 / Pr)^{9/16} \right]^{4/9}} \quad (2-16)$$

La temperatura en el exterior del boiler es de 69°C, la temperatura promedio con la ambiente es 44.5°C.

$$\alpha = 26.2 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$\nu = 18.41 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$\beta = 3.15 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1}$$

$$Pr = 0.705$$

$$k = 28.15 \times 10^{-3} \text{ (W/m}^{\circ}\text{K)}$$

$$\text{Diámetro} = 0.124 \text{ m}$$

$$\text{Área} = 0.048 \text{ m}^2$$

$$Ra_L = \frac{9.8 \text{ m/s}^2 \cdot 3.15 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1} (317.5 - 293) \text{ K} (0.124 \text{ m})^3}{(26.2 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s})(18.41 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s})}$$

$$Ra_L = 2.99 \times 10^6$$

$$\overline{Nu}_D = 2 + \frac{0.589 \cdot 2990000^{1/4}}{\left[1 + (0.469/0.705)^{9/16}\right]^{4/9}}$$

$$\overline{Nu}_D = 37.82$$

$$\bar{h} = \frac{37.82 \cdot 28.15 \times 10^{-3} \text{ (W/m}^{\circ}\text{K)}}{0.124 \text{ m}} = 8.59 \text{ W/m}^2 \text{ K}$$

Finalmente:

$$q = 8.59 \text{ W/m}^2 \text{ K} \cdot 0.048 \text{ m}^2 (342 - 293) \text{ K} = 20.2 \text{ W}$$

### **Torre empacada:**

Temperatura en el exterior de la torre: 65°C

Temperatura promedio : 42.5°C.

$$\alpha = 24.97 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$\nu = 15.57 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$\beta = 3.17 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1}$$

$$Pr = 0.705$$

$$k = 27.53 \times 10^{-3} \text{ (W/m}^{\circ}\text{K)}$$

$$Ra_L = \frac{9.8 \text{ m/s}^2 \cdot 3.17 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1} (315.5 - 293) \text{ K} (1.11 \text{ m})^3}{(24.97 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s})(15.57 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s})}$$

$$Ra_L = 2.46 \times 10^9$$

$$\overline{Nu}_L = \left\{ 0.825 + \frac{0.387(2.46 \times 10^9)^{1/6}}{\left[1 + (0.492/0.705)^{9/16}\right]^{8/27}} \right\}^2$$

$$\overline{Nu}_L = 162.3$$

$$\bar{h} = \frac{162.3 \cdot 27.53 \times 10^{-3} (W/mxK)}{1.1m} = 4.02 W/m^2 K$$

$$q = 4.02 W/m^2 K \cdot 0.063 m^2 (338 - 293) K = 11.40 W$$

Así, el calor disipado al medio ambiente :

$$36.1 W + 20.2 W + 11.4 W = 67.7 W$$

En este caso, la potencia del equipo es de solo 1200W. Se utilizará la Ec. (2-5) para determinar también el flujo teórico de agua.

Por dato(23); tenemos que el calor de vaporización a 265 mmHg es :

$$\begin{array}{l} \text{Entalpía}(H_v) \\ \text{de Líquido Saturado} \end{array} - \begin{array}{l} \text{Entalpía}(H_v) \\ \text{de Vapor Saturado} \end{array} = \begin{array}{l} \text{Calor de } (\lambda_e) \\ \text{Vaporización} \end{array} \quad (2.17)$$

Reemplazando en (2-17), tenemos:

$$629 \text{ Cal/g} - 73.87 \text{ Cal/g} = 555.1 \text{ Cal/g}$$

Ahora, a una potencia de 1200 W, al que se le resta 67.7W por pérdidas de calor al medio ambiente, resultando 1132.3W, equivalente a 16230 Cal/min. Reemplazando en (2-5), se obtiene:

$$16230 \text{ Cal/min} = 555.1 \text{ Cal/g}(M_v)$$

$$M_v = 29.2 \text{ g/min}$$

### 2.2.3.3. Pérdida de energía en la columna de fraccionamiento:

Se hicieron corridas de purificación de aceite, con una carga de 300 mL de aceite cada una, obteniéndose los siguientes resultados:

Tabla N°2.10 : Cantidades de aceite refinado y de agua obtenida en el equipo de fraccionamiento.

Número de Corrida	Tiempo de corrida (min)	Agua en Receptor (g)	Agua en Boiler (g)	Aceite en receptor (g)	Aceite en Boiler (g)
1	60	528	120	258	42
2	60	495	144	254	46
3	60	513	133	227	73
4	60	514	141	249	51
Promedio		513	134.5	247	53

El procedimiento se inicia cargando 300mL de aceite esencial en el boiler de 1000mL de capacidad (fig. 2.8), y se burbujea vapor, que es proporcionado por un generador. Al estar el sistema a una presión de 256 mmHg, la temperatura de ebullición se reduce y se facilita el transporte del aceite, sin dañar sus componentes más delicados. Finalmente, el aceite es fraccionado en la columna con relleno de anillos Fenske y es recibido el d-limoneno en el receptor. Según Florida Chemical Company (31), el calor de vaporización para el d-limoneno es de 10508.4 Cal/mol-g, lo que, tomando en cuenta que tiene un peso molecular de 136.34 g/Mol-g, nos da un valor de calor de vaporización de 77.04 Cal/g.

Se hacen los cálculos siguientes :

**Calor requerido para la evaporación del agua:**

$$513(\text{en el receptor}) \text{ g} + 134.5 (\text{en Boiler}) \text{ g} = 647.5 \text{ g}$$

Por ende, para una corrida de 60 minutos, el flujo de agua es

$$\text{de } 647.5 \text{ g} / 60 \text{ min} = 10.8 \text{ g} / \text{min}$$

Y reemplazando el ecuación (2-5) con el dato obtenido(25):

$$P_a = (10.8 \text{ g} / \text{min})(555.1 \text{ cal} / \text{g}) = 5995.1 \text{ cal} / \text{min}$$

**Calor requerido para la evaporación del d-limoneno:**

Para calcular el calor invertido en el fraccionamiento, se debe saber que se ha recibido 240g de aceite, en un tiempo de 60 minutos, lo que supone un flujo de  $247 \text{ g} / 60 \text{ min} = 4.1 \text{ mL} / \text{min}$ ; y reemplazando en la ecuación (2-1), con el dato obtenido de Florida Chemical Company, se tiene :

$$P_L = (4.1 \text{ g} / \text{min})(77.04 \text{ cal} / \text{g}) = 315.9 \text{ cal} / \text{min}$$

Siendo el calor total consumido:

$$5995.1 \text{ cal/min} + 315.9 \text{ cal/min} = 6311 \text{ Cal/min}$$

Lo que significa 440.3 W, si se le suma los 67.7 W perdidos al medio ambiente, se tiene un total invertido de 508W.

Tomando en cuenta que se trabajó para una potencia de 1200W, las pérdidas han sido de 61.1%, que sería el calor invertido en vencer la resistencia del lecho.

### 2.2.3.4. Cálculo para determinar area de transferencia del condensador.

Tabla N°2.11: Nomenclatura de valores para determinación de parámetros en condesado.

Nomenclatura de Variables	
Símbolo	Variable
L	Longitud de Condensador (m)
D <sub>e</sub>	Diámetro de Externo de tubo interno (m)
T <sub>f1</sub>	Temperatura de entrada, agua de refrigeración (°C)
T <sub>f2</sub>	Temperatura de Salida, agua de refrigeración (°C)
T <sub>c1</sub>	Temperatura de Vapor, entrada al condensador (°C)
T <sub>c2</sub>	Temperatura de Vapor, salida del condensador (°C)
M <sub>v</sub>	Flujo de Vapor de Agua (Kg/h)
M <sub>ac</sub>	Flujo de Aceite (Kg/h)
M <sub>f</sub>	Flujo de agua de refrigeración (Kg/h)
Q <sub>s</sub>	Calor sensible (Kcal/h)
Q <sub>l</sub>	Calor Latente (Kcal/h)
Q <sub>v</sub>	Calor cedido por el Vapor (kcal/h)
Q <sub>a</sub>	Calor absorbido por el Agua (Kcal/h)
C <sub>p</sub>	Capacidad Calorífica del agua (Kcal/kg-°C)
C <sub>ac</sub>	Capacidad Calorífica del aceite (Kcal/Kg-°C)
λ <sub>v</sub>	Calor Latente de Vaporización del agua (Kcal/Kg)
λ <sub>ac</sub>	Calor latente de Vaporización del Aceite (Kcal/Kg)
A	Area de transferencia (m <sup>2</sup> )
MDLT	Diferencial logaritmico de temperatura
U <sub>D</sub>	Coeficiente Global de transferencia de Calor en el intercambiador (Kcal/m2h)

Tomando en cuenta que es un condensador de doble tubo, según :

1) Determinación del Flujo de refrigerante requerido.

Se tiene que :

$$Q_l = M_v \lambda_v + M_{ac} \lambda_{ac} \quad (2-18)$$

$$Q_s = M_v \bar{C}_p (\Delta T) + M_{ac} \bar{C}_{ac} (\Delta T) \quad (2-19)$$

Entonces:

$$Q_v = Q_s + Q_l \quad (2-20)$$

Reemplazando (2-13) y (2-14) en (2-15) se tiene:

$$Q_v = M_v(\Delta T + \lambda_v) + M_{ac}(\Delta T + \lambda_{ac}) \quad (2-21)$$

Y por balance de energía:

$$Q_a = Q_v \quad (2-22)$$

Si se considera que  $Q_a = C_p M_f (T_{f2} - T_{f1}) \dots (2-23)$ , entonces, de (2-20) y (2-21) en (2-22) se obtiene:

$$C_p M_f (T_{f2} - T_{f1}) = M_v (\bar{C}_p \Delta T + \lambda_v) + M_{ac} (\bar{C}_{ac} \Delta T + \lambda_{ac}) \quad (2-24)$$

Por los datos en la tabla 2.12 se tiene lo siguiente:

$$T_{f2} - T_{f1} = 6^\circ\text{C}$$

$$\Delta T = 31^\circ\text{C}$$

Por datos obtenidos de la literatura(23):

$$\lambda_v = 555.1 \text{ Kcal/Kg}$$

$$\bar{C}_p = 0.996 \text{ Kcal/Kg}^\circ\text{C}$$

Para el aceite esencial, se tiene, según Florida Chemicals:

$$\lambda_{ac} = 77.04 \text{ Kcal/Kg.}$$

$$\bar{C}_{ac} = 0.57 \text{ Kcal/Kg.}$$

Los flujos de aceite y de agua en el condensador fueron:

$$M_v = 0.513 \text{ Kg/h}$$

$$M_{ac} = 0.135 \text{ Kg./h}$$

Reemplazando estos datos en la ecuación (2-24), el flujo de agua refrigerante es calculado:

$(0.996 \text{ Kcal} / \text{Kg}^\circ \text{C}) M_f (6^\circ \text{C}) = 0.513 \text{ Kg} / \text{h} ((0.996 \text{ Kcal} / \text{Kg}^\circ \text{C}) 31^\circ \text{C}$   
 $+ 555.1 \text{ Kcal} / \text{kg}) + 0.135 \text{ Kg} / \text{h} ((0.57 \text{ Kcal}^\circ \text{C} / \text{kg}) 31^\circ \text{C} + 77.04 \text{ Kcal} / \text{kg})$   
 Obteniéndose :

$$M_f = 50.3 \text{ Kg/hora}$$

$$Q_a = 300.6 \text{ Kcal/hora}$$

Donde  $M_f$  es el flujo de agua de enfriamiento y  $Q_a$  el calor disipado.

## 2) Determinación del área de intercambio de Calor.

Para los valores de temperatura de entrada se tiene el valor de temperatura de saturación tomados en el boiler ( $72^\circ \text{C}$ ), mientras que para los valores de temperatura de salida del vapor condensado y las temperaturas del agua de condensación, se tomaron los siguientes en el receptor:

Tabla N°2.12 : Datos de temperatura obtenidos en el condensador.

Número de Corrida	Temperatura de Salida ( $^\circ \text{C}$ )	Temperatura entrada de agua ( $^\circ \text{C}$ )	Temperatura de Salida del agua ( $^\circ \text{C}$ )
1	42	24	30
2	37	20	28
3	40	23	27
4	45	20	26
<b>Promedio</b>	<b>41</b>	<b>22</b>	<b>28</b>

Se calcula el MDLT para el intercambiador de calor(32):

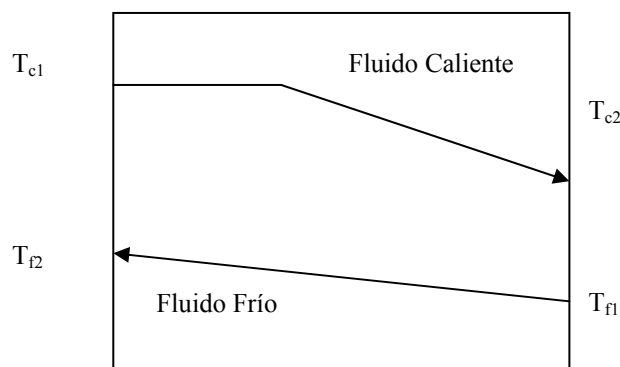


Fig. 2.13: Curva de temperaturas en un intercambiador de doble tubo.



Siendo  $\Delta T_1 = T_{c1} - T_{f2}$  y  $\Delta T_2 = T_{c2} - T_{f2}$

$$MDLT = \frac{\Delta T_1 - \Delta T_2}{\ln\left(\frac{\Delta T_1}{\Delta T_2}\right)} \quad (2-25)$$

Considerando los datos en la Tabla 2.12 se obtienen los datos correspondientes para cada corrida:

Tabla 2.13 : Resultados del MDLT

$\Delta T_1(^{\circ}\text{C})$	$\Delta T_2(^{\circ}\text{C})$	Nº Corrida	MDLT
42	18	1	28.3
44	17	2	28.4
45	17	3	28.8
46	25	4	34.4
PROMEDIO			30.0

Siendo el promedio que se va a utilizar para el cálculo del condensador  $30^{\circ}\text{C}$ .

Siendo la ecuación de diseño para un intercambiador de doble tubo:

$$Q_a = U_d A(MDLT) \quad (2-26)$$

Donde  $U_d$  es el coeficiente de transferencia de calor para el Intercambiador.

Según Lienhard(30) el valor de  $U_d$  para un condensador de vapor con agua a temperatura ambiente, oscila entre 1500 a 5000  $\text{W/m}^2\text{K}$ . En nuestro caso vamos a asumir un valor intermedio de  $3250 \text{ W/m}^2\text{K}$ .

Así, reemplazando los datos obtenidos de  $Q_a$  y del MDLT, se obtiene:

$$300.6 \text{ Kcal/h} = 2794.5 \text{ Kcal/m}^2\text{h} - ^{\circ}\text{C}(A)(30^{\circ}\text{C})$$

Así, el área obtenida es :

$$0.0036\text{m}^2 \text{ o } 36 \text{ cm}^2$$

#### 2.2.3.5. Cálculo del número de Etapas en la torre de destilación:

Según Treybal (33), en la destilación con vapor, para el caso de 2 componentes cuya solubilidad es mínima, como en el caso de d –limoneno y agua, se consideran insolubles; de esta forma se asume que la presión de vapor de cada componente no puede ser influenciado por la presencia del otro. Sumado a esto, tomando en cuenta que se trabaja a presión reducida, se asume comportamiento similar a la Ley de Raoult, según la cual:

$$x = \frac{P_t - P_B}{P_A - P_B} \quad (2-27)$$

$$y^* = \frac{P_A x}{P_t} \quad (2-28)$$

Donde :

$x$ : Contenido de limoneno en el líquido.

$y^*$ : Contenido de limoneno en el Vapor.

$P_A$  : Presión parcial de Limoneno.

$P_B$  : Presión parcial de agua.

$P_t$  : Presión total del Sistema.

De esta forma, con los datos de presión de vapor para el Limoneno, obtenidos de (31) , y los de presión de vapor

obtenidos del manual de la referencia(25), se tiene la curva de equilibrio de agua – limoneno:

*Tabla N°2.14 : Diagrama de equilibrio agua – Limoneno*

Presión de Vapor	Pres. Vapor	Pt	x	y*	$\alpha$
Limoneno (mmHg)	agua (mmHg)				
N 23	265	265	1	1	11.7
40	436	265	0.57	0.93	10.9
u 49	483	265	0.5	0.91	9.9
78	760	265	0.27	0.79	9.7
e 100	982	265	0.19	0.69	9.8
204	1542	265	0.05	0.27	7.6
s 400	3465	265	0	0	8.7

Nuestro caso es el de una torre sin reflujo, donde la concentración de destilado se calcula con los datos en la tabla N° 2.14; donde el agua contenida en el recipiente es 512.5 g, mientras que la cantidad de aceite contenido en el mismo es 247 g. Entonces la fracción de limoneno en el destilado será:

$$247g / (512.5g + 247g) = 0.325$$

Para el agua la fracción sería :

$$1 - 0.325 = 0.675 .$$

El diseño de la torre se hará de acuerdo con el modelo de Fenske, Underwood, Gilliland (FUG) que se da en la ecuación (1-4).

Se puede asumir la composición de fondo en base a la humedad promedio en el Limoneno según tablas, la cual se refiere como residuo de evaporación. Según especificación debe ser igual o menor a 4%; la fracción que se asume es un poco mayor, 7%., siendo así la fracción de ligero (agua) 0.07, y la de pesado, (limoneno) 0.93.

La volatilidad relativa en este particular es el promedio de las volatilidades expresadas en la tabla N°2.14, la cual es 9.8.

Reemplazando en (1-4) se tiene:

$$n+1 = \frac{\text{Log} \left[ \left( \frac{0.675}{0.325} \right) \left( \frac{0.93}{0.07} \right) \right]}{\text{Log} 9.8} = 1.5$$

Entonces el número de unidades de transferencia es 0.5. Para columnas pequeñas como la que hemos usado, con un diámetro interior de 18mm; según Weissberger(22), el H.E.T.P. para los hélices Fenske es de que 20 Platos teóricos por metro de torre, tomando en cuenta que se requieren de 0.5 platos teóricos, la altura de relleno requerida es de :

$$(0.5 \text{ platos} / (20 \text{ platos} / \text{metro})) = 0.025m$$

Sin embargo, se adiciona una corrección para torres al vacío, según Walas (21) es de 0.1m.

En todo caso la altura deseada para este caso en particular es de de 0.125m o 12.5 cm.

En la tabla N°2.15 se tiene el resumen de las características teóricas del equipo utilizado.

Tabla N°2.15: Dimensiones del equipo de Purificación.

<b>Carácterística</b>	
<b>CONDENSADOR</b>	
Área de intercambio (cm <sup>2</sup> )	36
Flujo de refrigerante (kg./h)	50.3
<b>TORRE DE DESTILACIÓN</b>	
Capacidad (g.aceite/h)	245
Altura (cm)	12.5
Diámetro(mm)	18
<b>Pérdidas por calor en funcionamiento:</b>	61.1%

### 2.2.3.6. Cantidad de calor utilizado por mililitro de aceite extraído

Para este cálculo se va a tomar en cuenta que, comercialmente, la extracción es rentable solo en los primeros 20 minutos de proceso, es por esto que se va a obtener un promedio del aceite extraído en los primeros 20 minutos de corrida.

Tabla N° 2.16 : Porcentaje de aceite extraído en los primeros 20 minutos de corrida.

N° Corrida	Porcentaje del aceite extraído (primeros 20 min)	Kcal/gr. aceite obtenido	mL de vapor obtenido por gr de aceite obtenido (primeros 20 min)
3	87.5	8.2	4.6
4	80.1	17.2	6.9
5	88.4	11.3	6.1
9	81.3	8.8	4.8
10	83.6	8.4	4.4
11	77.9	9.8	5.2
12	76.4	12.5	5.1
13	79.9	12.3	6.5
14	80.9	12.5	5.2
17	85.4	6.5	3
18	69.5	7.7	3.1
19	83	10.1	5.3
PROMEDIO	81.2	10.4	5.0

De la tabla 2.16 se obtiene como promedio un gasto de:

10.4 Kcal por mL de aceite obtenido.

### CAPITULO III

## CAPITULO III

### ANALISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

#### 3.1. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS ÓPTIMOS EXPERIMENTALES.

##### 3.1.1. Preparación de la materia prima:

De las diferentes formas de preparación posibles para la hidroextracción, se obtuvieron los siguientes resultados :

*tabla. 3.1: Diferentes tipos de tratamiento de materia prima, el tratamiento que dio mejores resultados está en negrita.*

Preparación (Tamaño)	Observaciones
Cáscara sin secar ni moler	El porcentaje de aceite extraído fue muy bajo, con tendencia a cero; tendencia a fermentarse rápidamente
Cáscara seca, sin moler	De difícil disposición en el equipo, el porcentaje de extracción fue también muy bajo al bajar la densidad del lecho.
Cáscara seca, molienda mediana (>6mm)	Disposición relativamente fácil. Aunque aún el lecho no tiene un acomodo conveniente, lo que reduce la eficiencia de extracción considerablemente.
<b>Cáscara seca y convenientemente molida (4 - 6mm)</b>	<b>Disposición de empaque cómoda, la eficiencia de extracción se incrementa notablemente</b>

Cómo se observa, el uso de cáscara de naranja seca y convenientemente molida es la mejor opción.

### **3.1.2. Efecto de la molienda sobre la eficiencia de extracción.**

Cuando se hizo la extracción con cáscara de naranja, con tamaño de partícula de 4mm, las eficiencias oscilaron entre 3.4% a 5.3%; por el contrario, en todas las corridas donde el diámetro fue mayor a 6 mm, la eficiencia fue de 3.01% hacia abajo (ver tabla N°3.7). En consecuencia, el tamaño promedio adecuado debe ser menor de 6 mm.

### **3.1.3. Efecto del Flujo de vapor sobre la eficiencia de extracción:**

Al reducir el flujo de vapor en las corridas 7 y 8 (Tabla N°A-1), se observa que el rendimiento disminuye a de 2.4 y 2.5, las cuales son la mitad del rendimiento máximo obtenido. De esta forma se puede aseverar que el flujo de vapor es directamente proporcional a la eficiencia del proceso, dentro de un rango de valores.

## **3.2. RESULTADOS DE LOS ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DEL PRODUCTO.**

### **3.2.1. Características generales del aceite esencial de cáscara de naranja.**

El aceite esencial de naranja es ligeramente amarillento de olor característico a naranjas, mientras que su sabor es ligeramente amargo.



En la tabla 3.2 se resumen las características obtenidas en el aceite extraído:

Tabla N°3.2 : características organolépticas del aceite esencial obtenido

Color	Ligeramente amarillo
Olor	Olor a naranjas, muy acentuado y tiende a perdurar
Otros	Consistencia aceitosa, es volátil y es ligeramente irritante al ser aspirado, sabor amargo.

### 3.2.2. Análisis del aceite esencial, Análisis Fisicoquímico.

Los análisis realizados al aceite fueron densidad, rotación óptica, índice de refracción, y punto de ebullición. Los resultados se muestran en la tabla 3.3:

Tabla N°3.3 : Comparación de características del aceite esencial obtenida en el laboratorio, comparado con el teórico.

Esencia de Cáscara de Naranja ( <i>Citrus sinensis</i> Osbeck)		
	Experimental	Teorico
Peso Especifico(20°C):	0.846	0.842 a 0.846
Rotación Óptica :	96°	94° - 99°
Índice de Refracción:	1.473	1.4723-1.4737
Temperatura de ebullición(1atm):	172 °C	172°C

### 3.2.3. Determinación de componentes en el Aceite esencial.

El producto obtenido por hidroextracción fue sometido a análisis por cromatografía de gases con detector de masas, en la Unidad de Servicios Analíticos y Químicos (USAQ). Los resultados obtenidos de dicho análisis fue el siguiente (tabla N°3.5):

TablaNº3.5 : Resultados obtenidos en el laboratorio de la USAQ.

Compuesto	P.M.	%	Punto eb. (°C)
Alpha- Pinene biciclo [3.1.1] hept-2-ene,	136	0.48	156
Sabinene beta pheladrene	136	0.25	
Beta myrcene 1,6 - octadiene, 7 methyl 3-methylene	136	2	191
Octanal N- octanal	128	0.2404	241
Limonene	136	<b>95.58</b>	175
(-) Beta pinene 6,6 - dimethyl – 2 metilenebicyclo [3.1.0]	136	1.03	166
Decanal decyaldehyde	156	0.428	207

Podemos observar que el compuesto predominante es el limoneno, con una concentración de 95.58%, lo que hace que este aceite sea una fuente idónea para dicho compuesto.

El compuesto que le sigue en concentración es el mirceno, con una concentración del 2%. Su punto de ebullición es de 191.5°C, mucho mayor al del limoneno.

#### 3.2.4. Análisis del producto destilado.

Se determinaron las propiedades fisicoquímicas del producto destilado. El fin de este es concentrar el d limoneno lo más posible; con este fin se hicieron pruebas fisicoquímicas que se compararon con las encontradas en la literatura. Para estos análisis se procedió de acuerdo con las normas dictadas por ITINTEC (ver anexo 1) obteniéndose los siguientes resultados.

*Tabla N°3.6: Características físicoquímicas de d Limoneno obtenido comparado con la literatura.*

Referencia Técnica	Característica	Obtenida en laboratorio	Literatura (teórico)
ITINTEC 319.081	Gravedad Específica 20°C	0.8424	0.844
ITINTEC 319.075	Índice de Refracción (refractómetro ATAGO, 20°C)	1.472	1.471 a 1.474
ITINTEC 319.076	Rotación Óptica	+100°	+96° a +104°
	Temperatura de ebullición (°C)	175	178
	Color	Incoloro	Incoloro
	Olor	Ligeramente a naranja	Ligeramente a naranja

Cómo se puede ver, estos datos tienen mucha cercanía a los expuestos en la literatura.

Se debe hacer notar que, a diferencia del aceite esencial extraído de la cáscara de naranja, el fraccionado de este es incoloro y de pobre olor, debido a que el limoneno es más bien pobre en aroma.

## CAPITULO IV

## CAPITULO IV

### INGENIERIA DEL PROYECTO

#### 4.1. CÁLCULO DE LOS REQUERIMIENTOS DE MATERIA PRIMA Y SALIDA DE PRODUCTO.

Tal como se dijo en la sección 2.1.3.1. Se podría disponer de una carga diaria de hasta 3500 Kg., en toda la ciudad de Lima. Para los cálculos, asumiendo un 15% de esta cantidad, es decir : 525 Kg./día.

Primero se debe de calcular la cantidad de aceite a refinar, utilizando el porcentaje de aceite promedio extraído de la cáscara. Tomando en cuenta que la humedad promedio de la cáscara es de 58.2%, el peso de cáscara seca será de:

$$525 - \frac{525\text{Kg} \times (58.2\%)}{100\%} = 219.5\text{Kg. de Cáscara Seca.}$$

Ahora, tomando en cuenta que el porcentaje de aceite obtenido en promedio es de 4.16%, se debe de calcular la cantidad de aceite de la que vamos a disponer para utilizar en el fraccionador.

El cálculo de la cantidad de aceite a refinar es de:

$$\frac{219.5\text{Kg} \times 4.16\%}{100} = 9.15\text{Kg. de aceite extraído.}$$

Es decir, se debe procesar 9.15 Kg de aceite esencial de cáscara de naranja por carga.

Ahora, con este dato, se debe escalar el volumen de agua a utilizar y la consiguiente composición en el fondo y en el tope.

Por los datos en la tabla N° 2.9, se tiene que el aceite se reparte en el equipo de la siguiente manera:

Boiler : queda el 17.7%, que en este caso sería 1.62 Kg.

Receptor: Queda el 82.3% que sería 7.53 Kg.

En cuanto al balance del agua, el agua en el receptor se toma como la cantidad de vapor requerido para transportar el aceite.

Se desea que la cantidad de agua sea equivalente a la de aceite obtenido. hasta hacerla equivalente a la cantidad de aceite. De esta forma, se van a hacer los cálculos para transportar hasta el receptor 7.53 Kg. de aceite(55.4 Moles) y 7.53 Kg. de agua (418.3 Mol). El resto de agua retornará el boiler.

Y en el boiler:

$$1.62Kg.aceite(2.54Kg.agua / Kg.aceite) = 4.11Kg.agua$$

A lo que se le suma 7.53 Kg. Que hubieran subido al receptor; de donde la cantidad total de agua en el boiler sería 23.23 Kg.

## 4.2 DIMENSIONADO DEL SECADOR

Se va a procesar 525 Kg de cáscara por día. De los cuales 58.2% son agua, la que se va a secar a 40°C.

Siendo de esta forma, la cantidad de agua a secar :

$$\frac{525Kg * 58.2}{100} = 305.5Kg.$$

Siendo el secado a 40°C, le entalpía de evaporación a dicha temperatura es : 574.6 Kcal/Kg.

Por ende, para los 305.5 Kg de agua, el requerimiento de energía va a ser :

$$574.6Kcal / Kg * 305.5Kg = 175540.3Kcal$$

Tomando en cuenta que el secado es por 24 horas, el flujo mínimo de calor requerido es :

$$\frac{175540.3Kcal}{24h} = 7314Kcal / h = 8.5Kw$$

Se diseña el secador de tal forma que el grosor del lecho de cáscara de naranja no sea mayor a 15 cm, de Esta forma, con la densidad de la cáscara de Naranja, podemos obtener el área del lecho.

Se sabe que 20 gramos de cáscara de naranja ocupan, por desplazamiento de agua, 17.8 mL.

Por ende la densidad de la cáscara de naranja sería :

$$20gr / 17.8mL = 1.12gr / mL$$

Ahora, 525 Kg. de cáscara ocuparán :

$$\frac{525Kg}{1120Kg / m^3} = 0.47m^3$$

Y considerando un grosor de lecho de 15 cm (0.15m) :

$$0.47m^3 / 0.15m = 3.13m^2$$

Considerando un sobredimensionado de 20%:

$$3.13m^2 * 1.2 = 3.8m^2$$

De esta forma, si utilizamos bandejas perforadas de 1m<sup>2</sup>, y una separación entre bandeja y bandeja de 3 veces la altura de lecho (45 cm), se van a requerir de 4 bandejas, con una altura total de bandejas de:

$$(0.15m * 3 / bandeja) * 4Bandejas = 1.8m$$

Más una separación de bandeja inferior a la fuente de calor de 45cm.

La altura es de:

$$1.8m + 0.45m = 2.25m$$

Con un sobredimensionado de 20%, tenemos una altura total de :

$$(2.25m * 1.2) = 2.7m$$

Ahora, si requerimos de una potencia de 7314 Kcal/h, y si utilizamos propano como combustible, cuya entalpía de combustión de propano, según referencia (25) es de 110928.2 Kcal/Kg. Se va a requerir de un consumo de Propano de:

$$\frac{7314Kcal/h}{110928.2Kcal/Kg} = 0.07Kg/h$$

O 70 gr. de Propano por hora, con un escalamiento del 20% :

$$70gr * 1.2 = 84gr/hr$$

De esta forma, las características del secador son:

Tabla 4.1 : Características del Secador de Bandejas:

<b>Características de Secador de Bandejas</b>	
Material de Construcción	Ladrillo refractario
Altura Total (m)	2.7
Número de Bandejas	4
Separación entre bandejas (m)	0.45
Área de Bandejas (m <sup>2</sup> )	1
Consumo de Propano (gr/h)	84

#### 4.3 DIMENSIONADO DE MOLINO

Para dimensionar nuestro molino, se calculará la potencia del mismo utilizando el método de Bond (39).

$$P/m = K_b / \sqrt{D_p} \dots (4.1)$$

donde:



$P$ = Trabajo total utilizado para reducir la partícula desde el tamaño de alimentación.

$m$ = Flujo másico de alimentación

$K_b$ = Constante de proporcionalidad, depende del tipo de máquina y de la naturaleza del producto.

$D_p$ = Diámetro de la partícula en el producto.

Para utilizar la ecuación (4.1) redefine un índice de trabajo  $W_i$ , como la energía total, en kilovatios hora por 2000 libras de alimentación, que se necesita para reducir una alimentación muy grande hasta un tamaño tal que 1 80 por 100 del producto pase a través de tamiz de 100 $\mu$ m. Esta definición conduce a una relación entre  $K_b$  y  $W_i$ . Si  $D_p$  está en milímetros.  $P$  en kilovatios y  $m$  en toneladas (2000 lb) por hora:

$$K_b = \sqrt{100 * 10^{-3}} * W_i = 0.3162 W_i \dots (4.2)$$

Si el 80 por 100 de la alimentación pasa a través de un tamaño de malla de  $D_{pa}$  mm y el 80 por 100 del producto a través de un tamaño de malla de  $D_{pb}$  mm, a partir de las ecuaciones (4.1) y (4.2) se deduce que :

$$\frac{P}{m} = 0.3162 * W_i \left[ \frac{1}{\sqrt{D_{pb}}} - \frac{1}{\sqrt{D_{pa}}} \right] \dots (4.3)$$

El índice de trabajo incluye al fricción en el triturador, y la potencia dada por la Ecuación (4.3) en potencia bruta.

Así tenemos que nuestra alimentación, inicialmente, tiene un tamaño aproximado de 15cm o 150mm, mientras que el final, un tamaño de partícula de 4mm.

De esta forma,  $D_{pb} = 4$  y  $D_{pa} = 150$ mm.

Según la sección 4.1 se desea triturar 219.5 Kg de cáscara de naranja seca, se desea hacer este trabajo en un máximo de 30 minutos, por ende, en toneladas procesadas por horas tenemos :

$$\frac{219.5Kg/30min}{1000Kg/Ton} * 60min/hr = 0.44Ton/hr$$

Según la referencia (40), se determina un factor  $K_b$  para el maíz de 2.715 Kwh/Ton para el maíz. Vamos a Tomar la resistencia de la cáscara de naranja seca como la misma para el maíz.

De esta forma, se determina la potencia necesaria para moler la cáscara de naranja seca:

$$\frac{P}{0.44Ton/hr} = 2.715Kwh/Ton \left[ \frac{1}{\sqrt{4}} - \frac{1}{\sqrt{150}} \right]$$

De esta forma :

$$P = 0.5 Kw$$

Sin embargo, según la referencia (40), la eficiencia promedio del molino es de 10%, de esta forma, se requiere de una potencia de :

$$0.1 = \frac{0.5Kw}{P_T}$$

$$P_T = 5Kw$$

Donde  $P_T$  Es la potencia Total.

Finalmente tenemos las características del molino:

Tabla 4.2 : Características del Molino de martillo a usar.

Características de Molino de Martillo	
Diámetro de alimentación $D_{80pa}$ (mm)	150
Diámetro de producto $D_{80pb}$ (mm)	4
Potencia requerida para la molienda (Kw)	0.5
Potencia requerida del motor (Kw)	5
Flujo de alimentación (kg/min)	7.3

## 4.4 DIMENSIONADO DE HIDROEXTRACTOR

### 4.4.1. Dimensionado de Boiler

Para el boiler, se debe de tomar en cuenta las siguientes características en su funcionamiento :

Tabla 4.3 Características del funcionamiento del equipo de hidroextracción

Peso cáscara seca (Kg.)	219.5
W. aceite obtenido (gr)	9.15
Tiempo Operación (min)	20
mL de vapor obtenido por gr. de aceite extraído	5.0

De esta forma, con el dato de vapor obtenido por gr. de aceite extraído, se puede calcular el requerimiento de agua y de volumen de boiler.

$$5 \times \left( \frac{mL \text{ Vapor}}{gr. \text{ aceite extraído}} \right) \times 9150 gr. \text{ aceite extraído} = 45.8L$$

Considerando las pérdidas por calor en el equipo de 63.3 %, se asume que el vapor es el fluido que transporta dicho calor, de esta forma, la cantidad de calor perdida se toma como la cantidad de vapor que queda en el lecho de cáscara de naranja y que se condensa en contacto con las paredes del extractor.

$$\frac{45.8L \times 100}{37.3} = 130L$$

Asumiendo un factor de seguridad de 20%, la capacidad del boiler es :

$$130L \times 1.2 = 156L$$

Siendo la ecuación de cálculo de volumen de un cilindro:

$$V_{cilindro} = \pi \left( \frac{D}{2} \right)^2 H \quad (4.4)$$

Donde D es el diámetro y H la altura de la torre.

Para el diseño del boiler, se asume una altura igual al diámetro; de esta forma la ecuación de volumen se transforma en :

$$V_{boiler} = \pi L^3 / 4 \quad (4.5)$$

Donde L es la altura y diámetro del boiler.

Reemplazando en (4.4) se tiene:

$$0.16m^3 = \pi L^3 / 4$$

De donde se obtiene  $L = 0.6m$

#### 4.4.2. Dimensionado de la torre empacada

Nuestra torre empacada debe contener 219.5 Kg. de cáscara seca.

En el caso del procedimiento piloto, se llenó hasta con 1.5 Kg. una torre de  $0.006 m^3$ ; en nuestro caso, se puede calcular la misma base de volumen de lecho :

$$V_{lecho} = \frac{0.006m^3 \times 219.5Kg.}{1.5Kg} = 0.88m^3$$

Según Chumacero (36) el diámetro de una torre de extracción no debe superar el rango de 1.75m, y en el caso de un arrastre de vapor, se toma una relación altura/diámetro de 4.

De esta forma, tenemos que  $H = 4D$ , donde H es la altura de la torre y D el diámetro.

$$V_{cilindro} = \pi \left( \frac{D}{2} \right)^2 4D \quad (4.6)$$

De dicho cálculo :

$$D = 0.65m$$

$$H = 2.6 m$$

#### 4.4.3. Dimensionado del condensador

Para el condensador, se sabe que se va a condensar 9.15 Kg. de aceite esencial y que va a circular, según lo visto en 4.2.1., 45.8 L de agua.

De esta forma, los flujos son :

0.46 Kg.aceite/minuto

2.3 Kg. agua/minuto.

Se tiene el diagrama de funcionamiento del intercambiador:

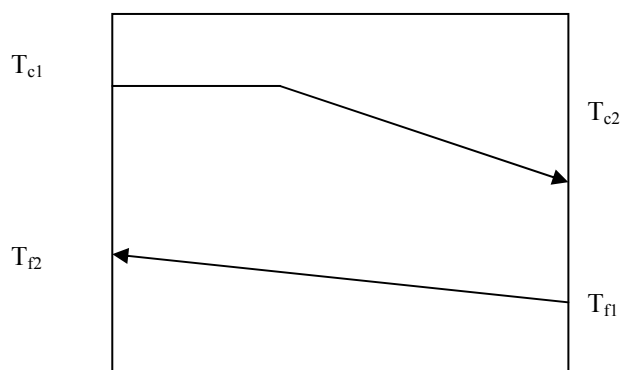


Fig. 4.1 : Diagrama de funcionamiento de con intercambiador – condensador.

Considerando que ambos entran al condensador a 100°C y salen a 40°C, y el agua de enfriamiento entra a 25 °C.

La temperatura de salida del fluido frío se considera el promedio de la temperatura de entrada del fluido caliente y del fluido frío.

De esta forma, las temperaturas de entrada y salida son :

Tabla N° 4.2 : Temperaturas de entrada y salida al condensador

Temperatura de entrada, fluido frío ( $T_{f1}$ )	Temperatura de salida, Fluido Frío ( $T_{f2}$ )	Temperatura de entrada, Fluido Caliente ( $T_{c1}$ )	Temperatura de Salida, Fluido caliente ( $T_{c2}$ )
25°C	35°C	100°C	40°C

El  $\Delta T_1 = 65$  y  $\Delta T_2 = 15$ .

De esta forma el MDLT es :

$$MDLT = \frac{65^{\circ}C - 15^{\circ}C}{Ln\left(\frac{65^{\circ}C}{15^{\circ}C}\right)} = 34.1^{\circ}C$$

Se calcula la cantidad de calor a remover utilizando los datos de flujo de vapor y aceite y los de temperatura de entrada y salida del fluido caliente.

$$Q = \text{Calor Disipado} = 2.3Kg / \min(540Kcal / Kg + (100^{\circ}C - 40^{\circ}C)1Kcal / ^{\circ}CKg) + 0.46Kg / \min(77.04Kcal / Kg + (100^{\circ}C - 40^{\circ}C)0.57Kcal / ^{\circ}CKg) = 1431Kcal / \min$$

De esta forma, determinamos el flujo de agua requerido en el condensador:

$$1431Kcal / \min = F_{agua} (1Kcal / ^{\circ}CKg)(35^{\circ}C - 25^{\circ}C)$$

$$\text{Luego } F_{agua} = 14.3Kg / \min$$

Asumiendo, para este tipo de intercambiador, como sugiere Kern

(32) un  $U_d = 700 BTU / hr(ft^2)(^{\circ}F)$  que luego de la conversión de unidades se convierte en :

$$U_d = 3417.7 Kcal / m^2 hr^{\circ}C$$

Y la ecuación de diseño para este intercambiador queda :

$$85800Kcal / hr = 3417.7 Kcal / m^2 hr^{\circ}C (A)(34.1^{\circ}C)$$

De donde se obtiene:

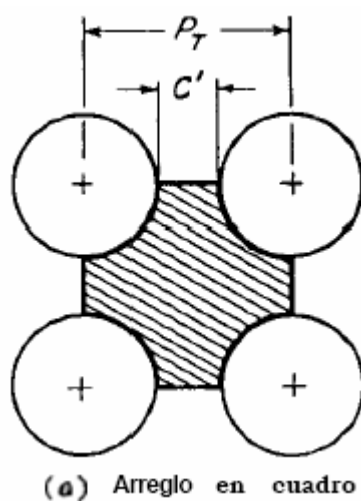
$$A = 0.74 m^2$$

Se da un 20% adicional de seguridad; quedando el área de diseño en  $0.90m^2$ .

Se va a utilizar un intercambiador de coraza y tubo, de un paso, con una coraza de 13.25 pulgadas, en un arreglo de 20 tubos de 1.5 pulgadas en cuadro, con una separación de  $1\frac{7}{8}$  Inch

Para un haz de 4 tubos, el diámetro equivalente es :

$$d_e \text{ (Inch)} = \frac{(P_t^2 - \pi d_o^2 / 4)}{\pi d_o} \quad (4.7)$$



Donde  $P_t$  es la separación entre el centro de los tubos y  $d_o$  el diámetro de los tubos.

Para una separación de tubos de  $1\frac{7}{8}$  Inch :

$$d_e \text{ (Inch)} = \frac{4 * (1.875^2 - \pi 1.5^2 / 4)}{\pi 1.5} = 1.48 \text{ Inch}$$

De esta forma, el diámetro total, para 20 tubos será :

$$1.48 \text{ Inch} / \text{tubo} * 20 \text{ tubos} = 29.6 \text{ Inch}$$

En metros : 0.752 m.

De esta forma, la longitud del condensador se obtiene calculando:

$$A / \pi D = L_e \quad (4.8)$$

Siendo la longitud: 0.38 m.

Finalmente, las dimensiones para el Equipo de hidroextracción se muestran en la tabla 4.5:

Tabla 4.5 : resumen de dimensiones de Extractor por arrastre de vapor

<b>BOILER</b>	
Diámetro (m)	0.6
Altura (m)	0.6
Flujo de vapor (L/20 min)	156
<b>TORRE EMPACADA</b>	
Diámetro (m)	0.65
Altura (m)	2.6
<b>CONDENSADOR</b>	
área de Transferencia (m <sup>2</sup> )	0.74
Diámetro tubo exterior (m)	0.34
número de tubos interiores	20
diámetro tubos interiores (m)	0.0381
Longitud (m)	0.38

## 4.5. DIMENSIONADO DE FRACCIONADOR DE LIMONENO

### 4.5.1. Cálculo de las dimensiones de boiler.

Se tiene en total 9.15 Kg. de aceite extraído, por cada carga en el hidroextractor. El Fraccionador va trabajar una vez por cada 2 cargas del hidroextractor, con lo que tendríamos, por carga de fraccionador, el doble de lo obtenido en el hidroextractor: 18.3 Kg.

Las relaciones de agua en el boiler y de aceite restante luego del fraccionamiento se van a tomar de la tabla 2.10. Según estas relaciones, de los 18.3 Kg, 3.35 quedan en el boiler y 15Kg. van al receptor, por razones de cálculo, se quiere hacer el diseño para que le receptor pase la misma cantidad de aceite y agua.



Agua en el Boiler :

$$(647.5 \text{ gr. agua} / 300 \text{ gr. aceite}) * 18.3 \text{ Kg. aceite} = 39.5 \text{ Kg. agua}$$

$$39.5 \text{ Kg. agua} / \frac{1 \text{ kg agua} / \text{ L. de agua}}{1} = 39.5 \text{ L agua}$$

Aceite en el Boiler:

$$(53 \text{ gr. aceite} / 300 \text{ gr. aceite}) * 18.3 \text{ Kg} = 3.25 \text{ Kg}$$

$$3.25 \text{ Kg. aceite} \frac{\text{L. aceite}}{0.8424 \text{ Kg. aceite}} = 3.85 \text{ L aceite}$$

De esta forma, la capacidad del boiler es de 43.4L, sin embargo, se toma un factor de seguridad de 20%, de esta forma la capacidad sería 52.1L.

#### 4.5.2. Cálculo para las dimensiones de la torre de destilación.

Se puede determinar el volumen de vapor + agua que va a pasar por la columna utilizando las densidades, tanto la del agua, como para el d-limoneno.

Volumen de aceite transportado al receptor:

$$15.06 \text{ Kg. aceite} / 0.8424 \text{ Kg. aceite} / \text{ L.} = 17.9 \text{ L}$$

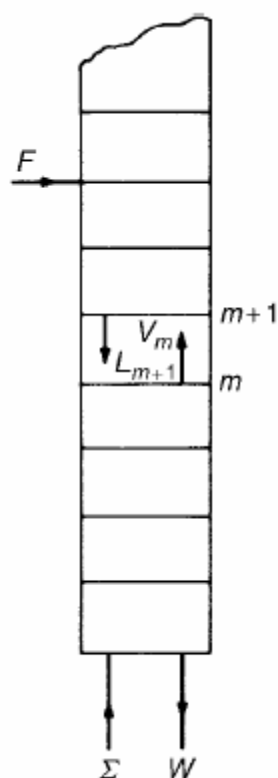
Mientras que el volumen de agua es:

$$15 \text{ Kg. agua} / 1 \text{ Kg. agua} / \text{ L.} = 15 \text{ L}$$

De esta forma el volumen total transportado es de 32.9L, el cual es transportado en 1 hora; por ende el flujo volumétrico en la torre es de 32.9L/h o 548.3 cm<sup>3</sup>/min.

### 4.5.3. Diseño de la torre

Para este caso, se utilizará el método citado por Coulson Richardson para torres con extracción por vapor. En la determinación de las etapas requeridas para efectuar una destilación con vapor, el flujote vapor debe ser incluido en la línea de operación de la parte inferior de la columna. Al usar calentamiento indirecto, y asumir flujo molar constante, la línea de operación está dada por:



$$y_m = \frac{L_m}{V_m} x_{m+1} - \frac{W}{V_m} x_w \quad (4.9)$$

Fig. 4.2 : Funcionamiento de torre de hidroextracción según Coulson y Richardson

Donde :

$L_m$  = Flujo molar de líquido .

$V_m$  = Flujo molar de vapor.

$x_w$  = Fracción en el boiler.

$x_{m+1}$  = Fracción en la parte superior.

W = Flujo al Boiler.

El flujo molar de vapor seria:

$$110.3 \text{ moles Aceite} + 833.3 \text{ moles agua} = 944 \text{ moles/hora}$$

Flujo molar de liquido:

$$(23230 \text{ g Agua} / 18 \text{ g/mol}) + (3240 \text{ g. aceite} / 136 \text{ g/mol}) = 1314.4 \text{ moles/hora}$$

De esta forma la relación  $\frac{L_m}{V_m}$ , queda como

$$1314 \text{ mol/hora} / 944 \text{ mol/hora} = 1.4$$

Se grafica esta curva de operación en el gráfico de equilibrio de Agua-Limoneno:

Siendo  $x_w = 0.02$

Se grafica tal como se muestra en la figura 4.3.

Siendo el flujo volumétrico de nuestra operación 548.3 mL/min, se elige de la tabla 4.6, tomada del libro de Selección de Equipos de Walas (21) están las características de diferentes empaques; se elige el uso del empaque marca Goodloe, considerando que en nuestra operación no hay problema de sólidos, además de no tener un alto requerimiento.

La capacidad mínima del empaque Goodloe es 0.016 gal/min(ft<sup>2</sup>), y la máxima de 4.9 gal/min(ft<sup>2</sup>), por ende, dando un factor de seguridad de 20%, asumiremos que nuestro flujo por unidad de área es el 80% de la capacidad máxima.

$$\left( 4.9 \text{ gal} / \text{min}(\text{ft}^2) \right) (0.8) = 3.92 \text{ gal} / \text{min}(\text{ft}^2)$$

En unidades internacionales:  $15.97 \text{ mL/cm}^2 \text{ min}$

Por ende, vamos a utilizar este flujo volumétrico, con el cual se va a determinar el área transversal de la torre.

$$\frac{548.3 \text{ mL} / \text{min}}{15.96 \text{ mL} / \text{cm}^2 \text{ min}} = 34.4 \text{ cm}^2$$

Entonces el diámetro de la torre en cm sería:

$$d_{\text{torre}} = \frac{2\sqrt{34.4 \text{ cm}^2}}{\pi} = 3.7 \text{ cm}$$

Por razones de diseño, se decide incrementar el diámetro en 20%, teniendo así un diámetro de diseño de 4.5 cm.

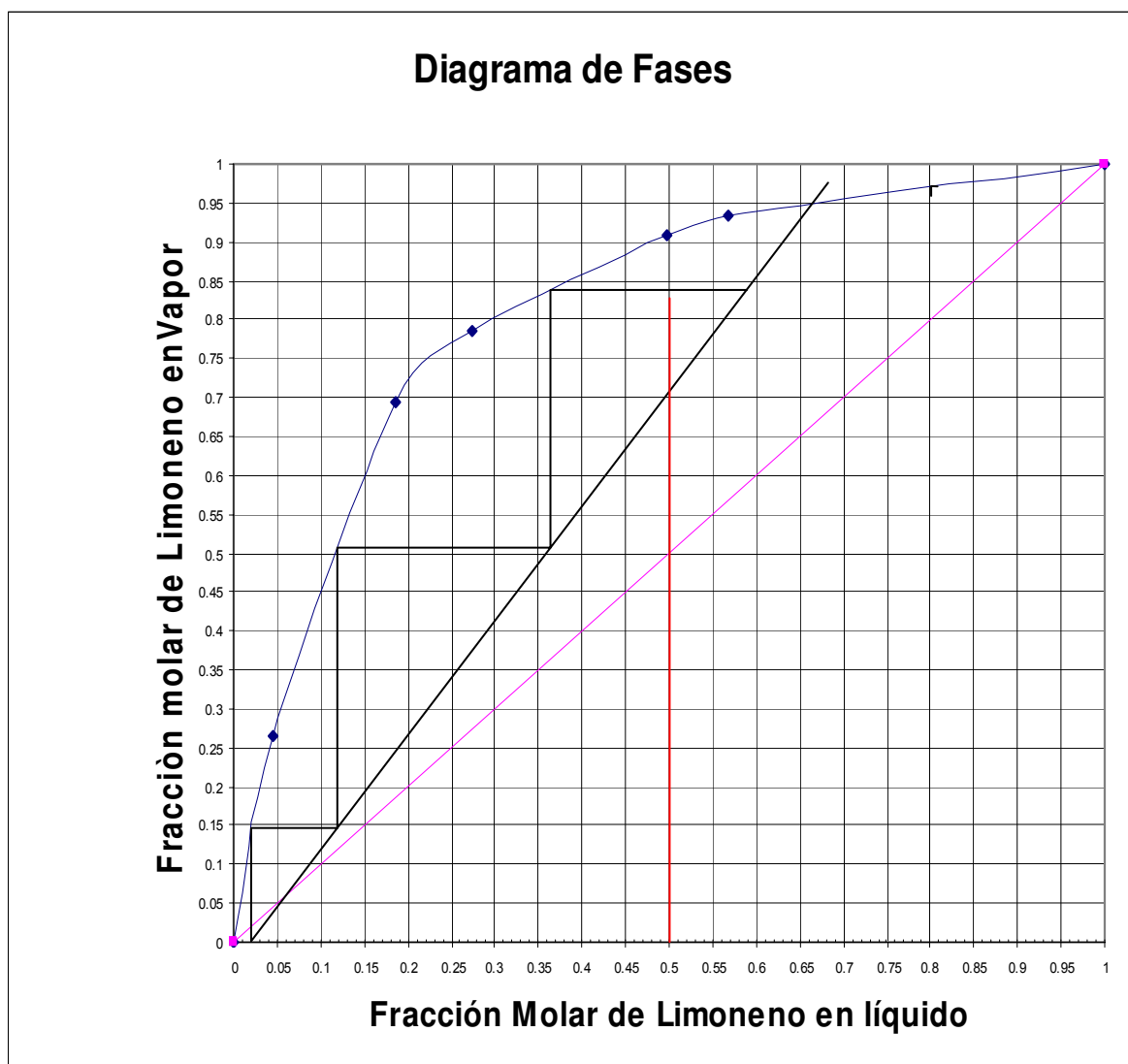


Figura 4.3: Determinación del número de platos teóricos.

Y la altura del empaque sería, según la tabla N°4.4, 5 pulgadas, por unidad de transferencia, lo que haría un total de 15 pulgadas, en cm, 38.1 cm.

Sin embargo, se toma un factor de 20% de seguridad para el relleno.

Siendo así la altura de torre: 46cm.

Tabla 4.6 : características de diversos tipos de empaque.

	Empaque Goodloe	Empaque Hyperfilling	Empaque Koch Sulzer	Empaque Neo Kloss	Sillas Leva Film
<b>Material</b>	Multifilamento tejido	Multifilamento tejido	Tejido corrugado de cable	Enmallado enrollado con separadores	Múltiples platos en un espacio cerrado
Presión mínima del proceso (torr)	1	1	0.5	0.5	5
<b>Consideraciones de líquidos:</b>					
Flujo mínimo (gal/(min)(ft <sup>2</sup> ))	0.016	0.1	0.08	0.1	0.05
Flujo máximo (gal/(min)(ft <sup>2</sup> ))	>4.9	4.7	>8	3.8	5
Viscosidad máxima cP	200				>100
Sensibilidad a una distribución irregular de líquido	Moderada	Moderada	Baja	Alta	Moderada
<b>HETS (in):</b>					
Rango	3.5-8.5	3.5-9	4.0-10	4.0- 18.0	12.0-24
Típico	5	5	7	8	18

#### 4.5.4. Diseño del condensador

Por el condensador, tal como hemos visto va a pasar

15 Kg de agua y 15.06 Kg. De aceite. Considerando los datos de capacidad calorífica y de calor latente de ambos, se va a determinar la cantidad de calor que se requiere absorber, tomando en cuenta que se desea que el agua y el vapor caigan a 40 °C, por ende  $\Delta T = 72^\circ\text{C} - 40^\circ\text{C} = 32^\circ\text{C}$ .

La ecuación de calor a absorber es la siguiente:

$$Q_a = 15 \text{ Kg} / h ((0.996 \text{ Kcal} / \text{Kg}^\circ \text{C}) 32^\circ \text{C} + 555.1 \text{ Kcal} / \text{kg}) + 15.06 \text{ Kg} / h ((0.57 \text{ Kcal}^\circ \text{C} / \text{kg}) 32^\circ \text{C} + 77.04 \text{ Kcal} / \text{kg})$$

$$Q_a = 10223 \text{ Kcal} / h .$$

Si se pretende Utilizar agua, a temperatura ambiente ( $25^\circ \text{C}$ ), debe de asumir una temperatura de salida inferior a la de entrada del fluido caliente. Se tomará, para este fin, el promedio de la temperatura de entrada del flujo caliente y la de entrada del agua fría, el cual es  $(72^\circ \text{C} + 25^\circ \text{C}) / 2 = 48.5^\circ \text{C}$  .

De esta forma se obtiene las siguientes temperaturas (Tabla N° 4.7):

*Tabla 4.7: Temperaturas de entrada y salida en el condensador.*

Temperatura de entrada, fluido frío ( $T_{f1}$ )	Temperatura de salida, Fluido Frío ( $T_{f2}$ )	Temperatura de entrada, Fluido Caliente ( $T_{c1}$ )	Temperatura de Salida, Fluido caliente ( $T_{c2}$ )
$25^\circ \text{C}$	$48.5^\circ \text{C}$	$72^\circ \text{C}$	$40^\circ \text{C}$

Con estos datos, se obtiene de MDLT : Siendo  $\Delta T_1 = 23.5^\circ \text{C}$  y

$$\Delta T_2 = 15^\circ \text{C}$$

$$MDLT = \frac{23.5^\circ \text{C} - 15^\circ \text{C}}{\ln(23.5^\circ \text{C} / 15^\circ \text{C})} = 18.9^\circ \text{C}$$

Para este caso, vamos a aplicar los valores recomendados por Walas (21) para intercambiadores que trabajan en un rango de  $32^\circ \text{C}$  a  $93^\circ \text{C}$ , el  $U_d$  sugerido es de  $300 \text{ BTU} / \text{hr}(\text{ft}^2)(^\circ \text{F})$ , que luego de la conversión de unidades sería :  $1465 \text{ Kcal} / \text{m}^2 \text{ hr}^\circ \text{C}$  .

Así, la ecuación de diseño sería:

$$10223 Kcal/hr = 1465 Kcal/m^2 hr^\circ C (A)(18.9^\circ C)$$

De aquí se obtiene un área de requerida igual a  $0.37m^2$ , sin embargo, se debe de dar un 20% para fines de diseño; por ende, el área de diseño sería:  $0.44m^2$ .

Para tal fin se utilizara, en el interior del intercambiador tubo de acero inoxidable 304, al ser este material el conveniente para el uso con aceites esenciales. El diámetro de tubos a usar dentro de la carcasa es de 1Inch (2.54 cm), se operará con haz de 4 tubos.

Siendo la longitud del intercambiador de calor:

$$L_c = A / \pi d_e \quad (4.10)$$

Donde  $L_c$  es la longitud del intercambiador,  $A$  el área de transferencia y  $d_e$  el diámetro equivalente.

El diámetro equivalente para el lado de la carcasa se determina por la siguiente ecuación, para un arreglo en cuadro tal como el que tenemos (fig. 4.5):

$$d_e (Inch) = \frac{4(P_t^2 - \pi d_o^2 / 4)}{\pi d_o} \quad (4.11)$$

Donde  $P_t$  es la separación entre el centro de los tubos y  $d_o$  el diámetro de los tubos.

Para una separación de tubos de 1 1/4 pulgada:

$$d_e = \frac{4(2(inch))^2 - 3.1416 * 1(inch)^2 / 4}{3.1416 * 1inch} = 4.1Inch$$

En metros : 0.1m.

Según KERN, en un banco de tubos en formación de cuadro, puede entrar en un intercambiador de 8 pulgadas, hasta 21 tubos de 1 pulgada en formación de cuadro, en este caso se utilizarán 16 tubos de 1 pulgada en la carcasa, de esta forma, el diámetro equivalente sería:

$$0.1\text{metros}/4\text{tubos}(16\text{tubos})=0.4\text{metros}$$

De esta forma la longitud del intercambiador se obtiene, reemplazando en la ecuación (4.7):

$$L_c = 0.44m^2 / \pi 0.4 = 0.35m$$

Para este caso, tenemos un banco de 16 tubos de una pulgada, según Kern

De esta forma, tenemos la medida para los equipos:

Tabla 4.8 : Medidas de los equipos

Característica	Dimensión
<b>Boiler</b>	
Volumen(L)	52.1
<b>Torre de Destilación</b>	
Altura(mm)	457.2
Diámetro (mm)	4.5
<b>Condensador</b>	
Diámetro (cm)	20.3
Longitud(m)	0.35

#### 4.6. DIMENSIONADO DE CALDERO

Según la sección 4.4.1. , se debe generar 130 litros de vapor en 20 minutos; lo cual, en unidades de calor significa:

$$130\left(\frac{L}{20\text{min}}\right)*(1Kg/L)(540Kcal/L) = 210600Kcal/h$$



Transformando a Kw, tenemos una potencia requerida de 245Kw, la cual se pone disposición en la tabla 4.9.

*Tabla 4.9 : Potencia de Caldero*

<b>POTENCIA DE CALDERO</b>	
Potencia (Kw)	245

## **4.7. EVALUACIÓN DE COSTOS DE EQUIPOS**

### **4.7.1. Índices de Costos**

Índice de Costos (37): La mayoría de datos disponibles para su uso inmediato en el estimado de prediseño, están basados en condiciones quizá des actualizadas. Debido a que estos precios pueden cambiar considerablemente con el tiempo, algunos métodos deben ser utilizados para actualizar los datos de costos aplicables. Uno de estos métodos es el índice de costos, el cual es un índice de un valor para un punto dado en el tiempo.

Si el costo en un momento del pasado es conocido, el costo equivalente en el momento actual puede ser determinado multiplicando el costo original por la relación del índice presente entre el valor aplicable en el momento en que el costo adicional fue obtenido.

$$\text{Costo actual} = \text{Costo original} \left( \frac{\text{índice de valor actual}}{\text{índice de valor original}} \right) \quad (4.12)$$

Los índices de costos pueden ser usados para dar un estimado general, pero no toman en cuenta todos los factores, como avances tecnológicos especiales o condiciones locales.

Muchos tipos de índices son publicados con regularidad, algunos pueden ser usados para estimar costos de equipos; otros se aplican específicamente a la construcción, mano de obra u otros campos especializados. Los más comunes son: Marshall and Swif all-industry and process-industry equipment indexes, Engineering News-Record construction index, Nelson-Farrar refinery construction index y Chemical Engineering plant cost index.

#### 4.7.2. Estimación de costos de los equipos a utilizar.

Vamos a utilizar en nuestro cálculo, el método del Chemical Engineering Plant Cost Index (CEPCI) el cual es, para Julio del 2005, 468.5.

La estimación de costos se hizo con el programa CAPCost, pero se utilizó un CEPCI de 450, por ser el límite que usa dicho programa, sin embargo luego se escalò utilizando el CEPCI citado para Julio del 2005.

Los costos obtenidos en dólares, para los equipos, se muestran en la tabla N° 4.10.

*Tabla N°4.10 : Costo de los equipos para una instalación a nivel piloto, todos los precios en dólares*

Para Sistema de Hidroextracción	
Boiler	3500
Columna de acero 304	9439
Condensador	958
<b>Costo Total Hidroextractor</b>	<b>13897</b>
Para sistema de Destilación	
Boiler	1000
Columna Empacada	1300
Condensador	510
<b>Costo Total, destilador</b>	<b>2810</b>
<b>Caldero</b>	<b>19383</b>
<b>Costo Total</b>	<b>38900</b>

#### 4.8. DESCRIPCIÓN RESUMIDA DEL PROCESO PROPUESTO

El proceso propiamente dicho consta de:

- Recolección de 525 Kg. de cáscara de naranja de desecho de diferentes puestos de expendio de jugo de naranja de la Capital.
- Secado de la cáscara de naranja recogida en el secador de bandejas, a 40°C por 24 horas, con lo que el peso de la cáscara de naranja se reduce a 219.5 Kg.
- Hidroextracción : Se empaca la cáscara de naranja seca en una columna y se somete a una corriente de vapor por 20 minutos, se obtiene de esta forma se obtiene por cada corrida 7.5 Kg de aceite esencial de cáscara de naranja, bruto, el cual es separado del agua en un tubo florentino.

- Fraccionamiento en una columna de destilación del aceite obtenido de 2 procesos de hidroextracción, en una columna empacada, con un vacío de 256 mmHg. En el boiler de dicha columna, se deposita 18.3 Kg de aceite esencial, al cual se le burbujea 54.5 Kg de vapor saturado, que hace la función de carrier del d-limoneno a través de la columna empacada. De este proceso se obtiene 15.1 Kg de d-limoneno, junto con 15 Kg. de agua en el tope, los que se almacenan en un receptor para luego ser separados por decantación; mientras que en fondos se obtiene 3.35 Kg. de Aceite esencial concentrado, junto con 39.5 Kg. de agua.

Las operaciones que se llevan a cabo en este proceso son de naturaleza fisicoquímica, en ningún caso hay reacciones químicas.

#### **4.9 TOPOLOGÍA DEL PROCESO**

En la Topología del proceso se aprecia la ubicación física de los equipos a utilizar y se definen las corrientes que van a circular por el mismo, como se muestra en la figura 4.3, asimismo, se detallan las condiciones.

Para los equipos dispuestos, se ha utilizado la siguiente nomenclatura :

Tabla 4.11 : Nomenclatura de Equipos por tipo

<b>NOMENCLATURA DE EQUIPOS POR TIPO</b>	
E	Intercambiadores de Calor y Secadores
G	Molinos y Trituradoras
H	Calentadores a Vapor o por fuente de flama
S	Separador
T	Torre
TK	Tanque
P	Bomba

En la tabla 4.12, se consignan los equipos que se utilizan en el proceso y el material del que están contruidos, mientras que en la tabla 4.13 se indica las corrientes que interaccionan en el proceso y los materiales que las componen.

Tabla 4.12 : Lista de Equipos Utilizados.

<b><i>Lista de equipamiento</i></b>		
<b><i>Denominación</i></b>	<b><i>Descripción</i></b>	<b><i>Material</i></b>
E-101	Secador de Bandejas	Ladrillo refractario
G-101	Molino de martillos	Acero inox 304
H-101	Boiler	Acero inox 304
T-101	Torre de extracción empacada	Acero inox 304
E-102	Condensador doble tubo	Acero inox 304
S-101	Separador de aceite esencial/agua	Acero inox 304
H-102	Boiler para fraccionador	Acero inox 304
T-102	Torre de refinación Empacada	Acero inox 304
E-103	Condensador de carcaza y tubos	Acero inox 304
TK-101	Receptor de limoneno destilado	Acero inox 304
P-101	Bomba de Vacío moderado	Acero inox 304
S-102	Separador de limoneno/agua	Acero inox 304
H-103	Caldero 245 Kw	Acero inox 304
TK-102	Tanque de Condensado	Acero inox 304
TK-103	Tanque de Alimentación	Acero inox 304

Tabla 4.13 : Lista de Corrientes de Materiales, Consignando sus condiciones.

<b>Lista de canalizaciones</b>			
<b>Denominación</b>	<b>Descripción</b>	<b>Presión</b>	<b>Temperatura</b>
1	Cáscara de Naranja Fresca	Ambiental	Ambiental
2	Cáscara de Naranja Seca	Ambiental	Ambiental
3	Cáscara de Naranja Seca y molida	Ambiental	Ambiental
4	Aceite Esencial y Agua florada	Ambiental	40°C
5	Aceite Esencial de cáscara de Naranja	Ambiental	Ambiental
6	Vapor y d - limoneno	256 mmHg	72°C
7	Agua y d -limoneno	256 mmHg	41°C
8	Agua y d -limoneno	256 mmHg	Ambiental
9	Línea de vacío	256 mmHg	41°C
10	Agua florada y d limoneno	Ambiental	Ambiental
11	d - Limoneno	Ambiental	Ambiental
12	Agua florada	Ambiental	Ambiental
13	Línea de Vapor	1- 5 atm.	100°C
14	Línea de Vapor	256 mmHg	72°C
15	Línea de Vapor	1-5 atm	100-152°C
16	Línea de Condensado	1-5 atm	100-152°C
17	Línea de Condensado	Ambiental	menos de 100°C
18	Retorno de Condensado	Ambiental	60- 70°C



#### 4.10 RESUMEN DE EQUIPOS.

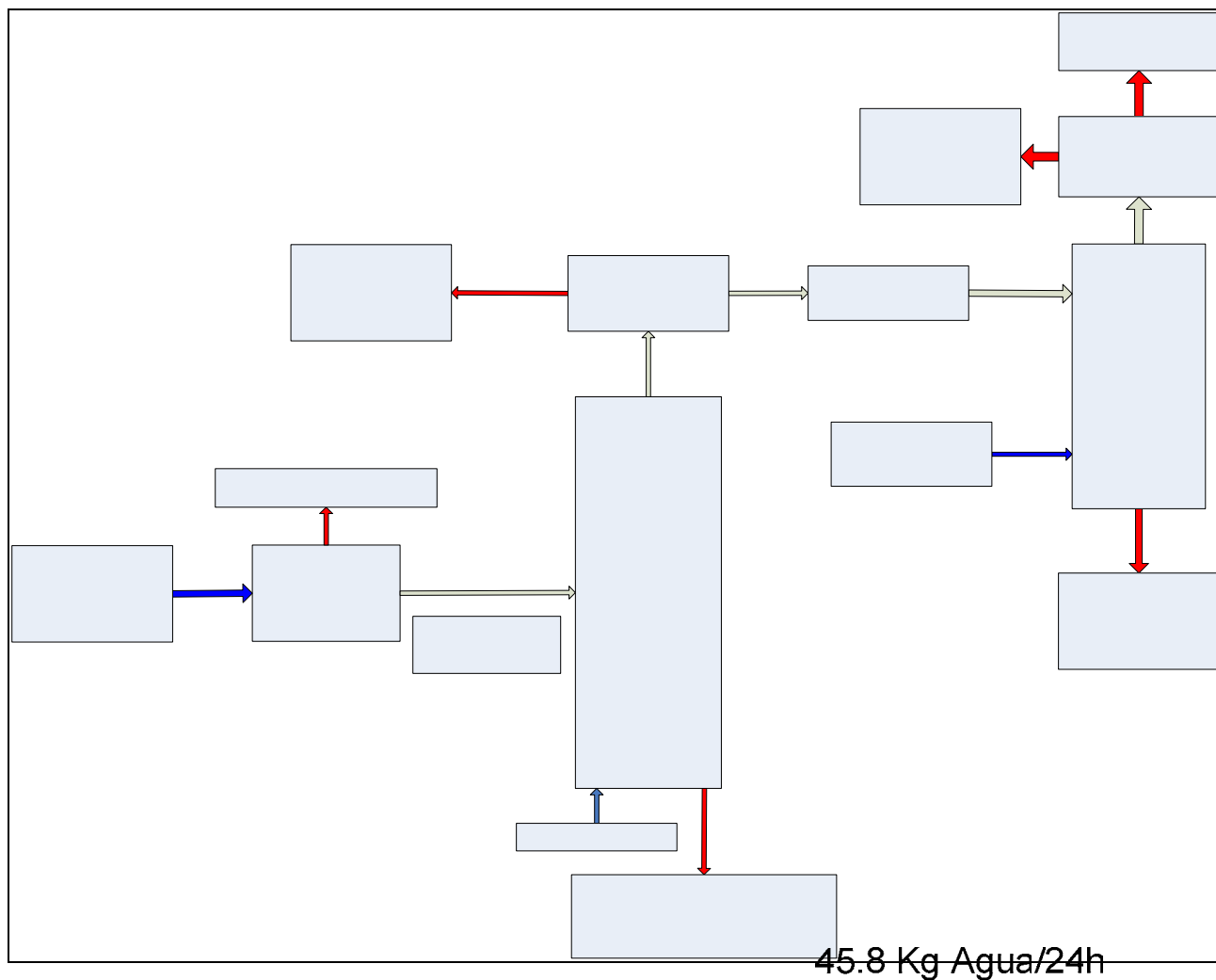
Se detalla a Continuación las Características de los equipos Escalados para un nivel comercial (tabla 4.14.)

Tabla 4.14 : Resumen de las medidas de equipos escalados

<b>Características de Secador de Bandejas</b>	
Material de Construcción	Ladrillo refractario
Altura Total (m)	2.7
Número de Bandejas	4
Separación entre bandejas (m)	0.45
Área de Bandejas (m <sup>2</sup> )	1
Consumo de Propano (gr/h)	84
<b>Características de Molino de Martillo</b>	
Diámetro de alimentación D <sub>80pa</sub> (mm)	150
Diámetro de producto D <sub>80pb</sub> (mm)	4
Potencia requerida para la molienda (Kw)	0.5
Potencia requerida del motor (Kw)	5
Flujo de alimentación (kg/min)	7.3
<b>Características de Hidroextractor</b>	
<b>BOILER</b>	
Diámetro (m)	0.6
Altura (m)	0.6
Flujo de vapor (L/20 min)	156
<b>TORRE EMPACADA</b>	
Diámetro (m)	0.65
Altura (m)	2.6
<b>CONDENSADOR</b>	
área de Transferencia (m <sup>2</sup> )	0.74
Diámetro tubo exterior (m)	0.34
número de tubos interiores	20
diámetro tubos interiores (m)	0.0381
Longitud (m)	0.38
<b>POTENCIA DE CALDERO</b>	
Potencia (Kw)	245
<b>Características de Fraccionador</b>	
Característica	Dimensión
<b>Boiler</b>	
Volumen(L)	52.1
<b>Torre de Destilación</b>	
Altura(mm)	457.2
Diámetro (mm)	4.5
<b>Condensador</b>	
Diámetro (cm)	20.3
Longitud(m)	0.35



#### 4.11. BALANCE DE MATERIA EN EL PROCESO.



Vapor = 305.5 Kg./24h

Cáscara de Naranja  
Fresca, 525 Kg./24h  
Tesis: Hidroextracción y Fraccionamiento del Aceite Esencial de Cáscara de Naranja.  
Limber Reátegui, FQIQ- U.N.M.S.M., 2005.

SECADOR

Cáscara de  
Naranja Seca  
219.5 Kg./24h

## DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

1. Las pruebas de hidroextracción han permitido observar que para una buena extracción es necesario el secado y molienda de la cáscara de naranja. Este factor ha sido decisivo en el incremento del rendimiento de hidroextracción. Asimismo, el flujo de vapor se ha revelado como un detalle importante del mismo.
2. El tamaño de partícula de lecho es de mucha influencia en el rendimiento; no solo porque ofrecen una mayor área de contacto, sino porque también genera un adecuado acomodamiento de las partículas, al ser estas partículas por lo general difícilmente compresible.
3. En la toma de datos de aceite obtenido versus tiempo, se puede notar fácilmente que la mayor parte (de 75 a 84%) de aceite se obtiene en los primeros 20 minutos, tal como se observa en las gráficas del anexo 4; este factor puede ser determinante para la economía del proceso.
4. Se he obtenido una ecuación para poder determinar la curva de velocidad de extracción de aceite, basándose en una concentración inicial; esta curva ha sido obtenida mediante un análisis estadístico de una serie de corridas a diferentes condiciones, la ecuación se basa en el modelo de Michaelis Menten, y es la siguiente:  $-r_A = -\frac{dC_A}{dt} = \frac{C_A}{-55.8 + 3693.8C_A}$ , donde  $C_A$  es la concentración de aceite en el lecho.

5. El aceite obtenido mediante la hidroextracción se analizó en el laboratorio de la USAQ, obteniéndose un total de 7 compuestos, de los cuales, el limoneno es predominante con un 95.58%. Comparando con los datos obtenidos por Sawamura, encontramos cercanía con el contenido de Limoneno,  $\alpha$  Pineno, mirceno y  $\beta$  Feladreno, sin embargo, hemos detectado en nuestro aceite el Decanal decialdehído, compuesto que Sawamura no detectó.
6. La torre de destilación generó un producto destilado del aceite esencial de cáscara de naranja con características fisicoquímicas satisfactorias en comparación con las características expuestas por la literatura para el d Limoneno; lamentablemente no hubo disponibilidad del cromatógrafo de gases en la USAQ, lo que impidió que se hiciera el respectivo análisis, es de notar también que difiere sensiblemente del aceite esencial de cáscara de naranja en cuanto olor y color respecta, lo que es un indicador de un incremento sensible en la concentración de d Limoneno.
7. El diseño de la torre de destilación revela que, según la ecuación de Fenske, Underwood y Gilliland, la altura de empaque es sensiblemente menor al utilizado en la práctica, esta notoria diferencia se debe a que los métodos de cálculo usuales están proyectados para torre de destilación industriales, lo que genera una discrepancia al ser aplicada para un equipo a nivel laboratorio y piloto.
8. Otro métodos usualmente utilizados para la obtención de este aceite implican el uso de solventes orgánicos o métodos más bien complicados.

## CONCLUSIONES

1. El análisis de la cinética de la hidroextracción permite obtener una ecuación basada en la concentración de aceite en la cáscara de naranja, la cual es  $-r_A = -\frac{dC_A}{dt} = \frac{C_A}{-55.8 + 3693.8C_A}$ , donde  $C_A$  es la concentración del aceite en la cáscara de naranja, estos resultados fueron obtenidos para la hidroextracción a la temperatura de 100°C.
2. El rendimiento promedio del aceite obtenido fue de 4.2%, siendo los factores principales que influyen el tamaño de partícula, siendo los valores encontrados como apropiados para la separación <4 mm y el flujo de vapor, 10 g/min.
3. La destilación de aceite esencial de cáscara de naranja al vacío ha demostrado ser un procedimiento factible para la refinación del aceite esencial de cáscara de naranja y obtener d – limoneno, al ser las características del producto obtenido muy similares a las citadas por la literatura.
4. La composición de aceite esencial de cáscara de Naranja obtenido por análisis con cromatografía de gases en el laboratorio de la USAQ es :

Compuesto	P.M.	%
Alpha- Pinene biciclo [3.1.1] hept-2-ene, 2,6,6 - trimethyl.	136	0.48
Sabinene beta pheladrene	136	0.25
Beta myrcene 1,6 - octadiene, 7 methyl 3-methylene	136	2
Octanal N- octanal	128	0.2404
Limonene	136	95.58
(-) Beta pinene 6,6 - dimethyl – 2-metilene byciclo [3.1.0]	136	1.03
Decanal decyaldehyde	156	0.428

5. La experimentación llevada a escala banco, demuestra la viabilidad técnica de producción de d – limoneno a partir de cáscara de naranja de desecho, utilizando tecnología desarrollada con este propósito, más sencilla que la usualmente utilizada, además de prescindir del uso de solventes orgánicos, lo que constituye un nuevo aporte en la investigación científica vinculada al área de aceites esenciales.

## RECOMENDACIONES

1. Continuar la investigación respecto al fraccionamiento a escala industrial del aceite de cáscara de naranja, no solo para obtener limoneno, sino también aislar la fracción de aroma presente en el mismo aceite.
2. Promover el uso de desecho de cáscara de naranja, tan usual en nuestra ciudad y generar así un valor agregado a este desecho, no solo para la obtención de aceite, sino también para la obtención de pectinas.

## BIBLIOGRAFIA

1. **Infoagro.com, 2005;** <http://www.infoagro.com/citricos/naranja.htm>.
2. Comisión Nacional de Fruticultura; **“Cultivo de cítricos”**, boletín técnico N°6, , Lima, Perú.
3. Puiggros Madueño, Fernando; **“Comportamiento del Naranja Washington Navel sobre 5 portainjetos”**; Tesis, pags. 4- 6 , (UNALM, 1992).
4. Ministerio de Agricultura, Oficina de información Agraria; **“Producción hortofrutícola”**, Pag.204, 377-380, 513, año 2000.
5. Revista digital de Información y Análisis. <http://www.verdeislam.com>; Número 19. Año 6. 2002.
6. Ministerio de Agricultura; **“Plan Nacional de Desarrollo Frutícola”**; pags. 8, 62. Feb. 1994.
7. Batiu Ioan ; Apuntes del **“Curso Teórico de Aceites Esenciales Naturales, Aislamiento, Caracterización, Separación y Valoración de Síntesis Orgánica Fina”**, Universidad Nacional de Ingeniería, Noviembre del 2003.
8. Carlson, Carl and Stewart, Joseph; **“Extractive and Azeotropic Distillation”**; “Technique of Organic Chemistry”, Vol IV Distillation, A. Weissberger editor; Pags. 423-531 intersciences Publishers, John Wiley and Sons, 1965.
9. Cocero, M.J., Alonso, E. y Fernández Polanco, M. ; **“La Extracción Supercrítica en la regeneración de Suelos”**; Revista DOYMA, Num 364, Vol 12, Enero del 2000
10. Guenther, Ernest: **“The Essential Oils”**; Vol. III, Pag 118-141; Ed. Van Nostrand, 1959.
11. **“Encyclopedia of Chemical Technology”**, Kirk – Othmer; Vol. 17, pag. 1-13; The Dialog Corporation, 1998.

12. Cortéz, Alfredo Jefferson; **”Extracción de Aceites Esenciales de la Naranja Variedad Valencia”**, Tesis para Optar por Ing. en Industrias Alimentarias, Pag. 24-57; UNALM, 1970.
13. Centro de Comercio Internacional; **“Aceites Esenciales y Oleorresinas”**; pag. 5, 69 -73; Ginebra, 1986.
14. Florida Chemical Company ; **“¿Qué es el d – limonene?”**,  
www.floridachemical.com.
15. Lock de Ugaz, Olga; **“Esencias naturales”**; pag. 23 -43; Pontificia Universidad Católica, 1994.
16. A.R. Pinder; **“The Chemistry of Terpenes”**; pags. 42-33; John Wiley & Sons, 1960.
17. International Programme on Chemical Safety; **“Concise International Chemical Assessment Document No. 5”**, 1998.
18. Palomino, Alfredo; **“Nuevo Modelo Para La Extracción de Aceites Esenciales”**, Revista Peruana de Ingeniería Química, Vol. 3, N°1, pags. 36 – 41.
19. <http://www.herbotecnia.com.ar/poscosecha-esencias.html>.
20. Robinson Clark Shove & Gallard Edwin Richard; **“The Elements of Fraccional Distillation”**; pags. 209 – 227; Mc. Graw Hill, 1939.
21. Walas Stanley M.; **“Chemical Process Equipment; Selection and Design”**; pags.204 – 207, Ed. Butterwort – Heinemann, 1990.
22. Weissberger, Arnold; **“Technique of Organic Chemistry**; Vol IV, Distillation, Pag. 511- 532; Interscience Publishers, John Wiley & Sons, 1956.
23. Zambrana, Eduardo e Hinojosa, Nelson; **“Purificación de Aceites Esenciales y Aislamiento de Compuestos”**; Centro de Tecnología Agroindustrial, Universidad Mayor de San Simón, Cochabamba, Bolivia.



24. Perry, Robert H.; **“Manual del Ingeniero Químico”**; Ed. Mc. Graw Hill, 6<sup>a</sup> Edición , 1992.
25. Perry, Robert H. , Green, Don W.; **“Perry’s Chemical Engineer’s Handbook on CD ”**, The Mc. Graw Hill Company, Ed. 1. Pag. 2 – 304 ; 2-307, 1999.
26. Coulson J.M. y Richardson, J.F. ; **“Ingeniería Química”**; Pag. 600, 623, 624; Ed. Reverté, S.A., España, 1988.
27. Hecker, J.C.; **“The Vacuum System”**; Technique of Organic Chemistry, Vol VII, Arnold Weissberger Editor; Pags. 599- 659 Interscience Publishers, John Wiley & Sons; 1956.
28. Zuideweg, F. J.; **“Laboratory Manual of Batch Distillation”**, Pags. 11- 95 Interscience Publishers, New York, 1957.
29. Grupo de Ingeniería Química de la Universitat de les Illes Balears; **“Estudio sobre la viabilidad de la utilización de excedentes y residuos agrícolas del campo mallorquín como fibra dietética”**; Universitat de les Illes Balears; 2003.
30. Lienhard, John H. ; **“A Heat Transfer TextBook”**, pag. 82; Phlogiston Press, Cambrige Massachusetts, 2003.
31. Florida Chemical Company, CO. ; Winter Heaven, USA; **[http://www.orangeterpenes.com/dlimonenechemical\\_constants.htm](http://www.orangeterpenes.com/dlimonenechemical_constants.htm)**.
32. Kern, Donald Q.; **“Procesos de Transferencia de Calor”**; pag. 134 -147, 946; Editorial Continental, México, 1999.
33. Treybal, Robert; **“Operaciones de Transferencia de Masa”**; Segunda edición; Pag. 286 – 301; Editorial Mc. Graw Hill, Ciudad de México, 1991.
34. Sanz, J.; T, Terraiz; M.A. Santacecilia; **“Análisis de Componentes Volátiles de Plantas por Cromatografía de Gases Mediante Inducción Directa”**; Artículo aparecido en “Anales de Farmacopea En España”, Pag. 165 -169, Ed. 1999.

35. Sawamura, Masayoshi; Tu, Nguyen; Thi Minh; **“Volatile Constituents of the Peel Oils of Several Sweet Oranges”**; Artículo publicado en el Journal of Essential Oil Research; Enero/Febrero del 2005.
36. Herwarth Morales Chumacero y Beatriz Hermelinda Ramón Chinchay ; **“Estudio de la Extracción de Aceite Esencial de la Semilla de Schinus Molle Linneo a Escala Banco”**; Tesis para optar por el grado académico de Ingeniero Químico; UNMSM, Lima, 2000.
37. Peters, Max y Klaus D. Timmerhaus; **“Plant Design and Economics for Chemical Engineers”**; 4ª edición Pag. 163-167; Ed. Mc Graw Hill.
38. David, De Witt y Frank Incropera; **“Fundamentos de Transferencia de Calor”**; Segunda Edición, Pag. 483-516; Ed. John Wiley & Sons.
39. Mc Cabe, W.; Smith, C.; **“Operaciones Básicas de la Ingeniería Química ”**. 1era Edición Editorial Reverté S.A., Barcelona 1981; pág. 891-895.
40. Reátegui Limber, Cruz Betsy, Gil Gavi y Lopez Jose Luis; **“Informe de Laboratorio de Ingeniería Química : Molienda”**, Curso de Laboratorio de Ingeniería Química, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Mayo del 2003.
41. Turton, Richard; Analysis, **“Synthesis and Design of Chemical Processes”**. Ed. Prentice Hall, New Jersey, 1998. Pag. 19-31.

**ANEXO N°1: RESUMEN DE LAS CORRIDAS DE  
HIDROEXTRACCIÓN DE CÁSCARA DE NARANJA.**

Tabla Nº A-1 : Resumen de las Corridas Efectuadas en el Hidroextractor

Corrida No	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
Peso de Cáscara(Kg)	0.97	0.95	1.33	0.92	1.15	0.98	1.22	1.18	1.56	1.44	1.22	1.16	1.1	1.3	1.2	0.82	1.58	1.52	1.21
Flujo de Vapor(ml/min)	5.6	11.9	12.2	8.6	11.6	8.6	5.8	6	11.7	11.1	11.3	8.7	11.3	9	1.3	11.1	10	8.5	11.2
Tamaño promedio de Semilla Molida(mm)	>6	>6	4	4	4	>6	4	4	4	4	4	4	4	4	>6	>6	4	4	4
Volumen de Aceite Extraído (mL)	26.2	28.7	60	31.2	43.2	15	30	33.8	60	61	56.2	45	43.8	42.5	17.5	20	77.5	80	51.2
Rendimiento %w	2.7	3.01	4.51	3.4	3.76	1.2	2.5	2.9	3.85	4.2	4.6	3.9	4	3.3	1.5	2.4	4.91	5.3	4.25
Tiempo de Operación	80	120	120	110	120	90	80	110	120	120	120	100	120	90	110	120	120	120	120

## **ANEXO N°2 : NORMAS TÉCNICAS PARA ANÁLISIS DE ACEITES ESENCIALES**

### A-2.1. ITINTEC 319.075 : **Determinación del Índice de Refracción en Aceites esenciales.**

En esta norma se describe los pasos a seguir para la determinación del índice de refracción de una muestra de aceite esencial.

**Principio del Método:** Consiste en la medición del ángulo de refracción del aceite esencial mantenido en condiciones de transparencia e isotropismo, a una longitud de onda de luz de 589.3 mm, que corresponde a la línea D de Sodio.

**Equipo a Utilizar:** Refractómetro con un rango de lectura de 1.3000 a 1.7000 con precisión de  $\pm 0.0002$ , equipado con luz de sodio.

Procedimiento a seguir: Se verifica que la temperatura no difiera en  $\pm 2^\circ \text{C}$  de la temperatura de referencia, si la temperatura difiere más allá de este parámetro, se debe llevar a su temperatura de referencia.

Se coloca la muestra a aceite en el dispositivo del aparato, y se dispone a hacer la medición, la lectura se toma cuando la escala del aparato se ha estabilizado.

**Expresión del resultado:** Sea  $n_D^{t'}$  el valor de la lectura a la temperatura  $t'$ , el índice de refracción  $n_D^t$  a la temperatura de referencia  $t$ , es dado por la siguiente fórmula :

$$n_D^{t'} = n_D^t + a(t' - t) \dots (A-1)$$

El valor de “a” tomado usualmente es de 0.0004.

### A-2.2. ITINTEC 319.076 : **Determinación del Poder Rotatorio específico de la desviación Polarimétrica.**

La siguiente norma establece el procedimiento para la determinación del poder rotatorio específico de un aceite esencial.

**Principio del método :** La medida del poder rotatorio específico es la medida de la rotación del plano de polarización de la luz, al atravesar un espesor determinado de

aceite esencial, a una longitud de onda determinada, la cual suele ser la línea D de la luz de sodio.

**Equipos:** Polarímetro con una precisión de 2 minutos o 0.03° y una fuente luminosa con longitud de onda de 589.3 nm, y una celda apropiada según la coloración del aceite esencial.

**Procedimiento:** Se debe de llevar el aceite esencial a una temperatura de 20°C, para tener una referencia conveniente. Una vez que el equipo se ha encendido, se calibra el polarímetro introduciendo primero una celda vacía, para luego llenar esta misma con el aceite esencial, cuidando que no haya alguna burbuja de aire, se coloca la celda en el polarímetro, y se mide la rotación específica, sea esta levogira o dextrogira. Se deben efectuar por lo menos, 3 mediciones, cuidando que estas no varíen más de 5 minutos. Se obtiene un promedio de los 3 resultados.

Expresión de los resultados: Sea  $A$  el ángulo de rotación observado, expresado en grados, e  $I$  el espesor de capa de aceite esencial en decímetros, el valor de la rotación específica es:

$$\alpha_D^{20^\circ C} = \frac{A}{I} \dots (A-2)$$

### A-2.3. ITINTEC 319.077 : Preparación de la muestra de aceite esencial para análisis.

La norma a describir, establece los procedimientos que se siguen para preparar una muestra para su análisis.

**Equipo a utilizar:** Matraces Erlenmeyer, Cápsulas para ceniza, Estufa, frascos de vidrio oscuro, con tapa para conservar la muestra.

**Reactivo:** Sulfato de Magnesio.

**Procedimiento:** se llena un erlenmeyer a 2/3 de su capacidad total y se introduce sulfato de magnesio, recién desecado en la estufa a 180 - 200°C, en una cantidad equivalente aproximadamente al 10% del peso del aceite. Se agita vigorosamente y de tiempo en tiempo durante 2 horas. Luego se filtra.

#### A-2.4. ITINTEC 319.081: **Determinación de la densidad y de la densidad Relativa.**

Esta norma establece el procedimiento a seguir para determinar la densidad y la densidad relativa de un aceite esencial líquido a 20°C.

**Densidad a 20°C de un aceite esencial:** Es la relación entre el peso (masa) de un volumen dado de aceite esencial y su volumen, determinados a 20°C. se expresa en gramos por mililitro, su símbolo es  $\rho_{20}$ .

**Densidad relativa a 20°C o a 4°C de un aceite esencial:** Es la relación entre la densidad del aceite a 20°C y la del agua destilada a 20°C o a 4°C, esta cantidad, al ser relación, no tiene dimensión, y su símbolo es  $d_{20}^{20}$  o  $d_4^{20}$ .

**Principio:** Este método se basa en el uso de picnómetro, para de esta forma evitar el innecesario uso de grandes cantidades de aceite.

**Equipo a Utilizar:** Balanza analítica, con una precisión de 0.5 mg.; baño de agua mantenido a 20°C (+/- 0.2°C); embudos y sifones para picnómetro, picnómetro de 50, 25 o 10 ml y termómetro normalizado, dividido en quintos o décimos para determinación de temperatura entre 10°C y 30°C.

**Procedimiento:** La muestra se debe preparar de acuerdo con la norma ITINTEC 319.077.

El picnómetro se debe lavar cuidadosamente, escurrirse y enjuagarse con etanol y éter dietílico, se seca el interior mediante una corriente de aire seco; el exterior se seca



con un papel filtro y se inserta el tapón. Se coloca el picnómetro en la balanza, donde se deja durante 30 minutos, luego se pesa ( $P$ ).

Se llena el picnómetro con agua destilada a aproximadamente 20°C, teniendo cuidado de evitar burbujas de aire. Para poner el picnómetro a la temperatura deseada, se debe sumergir en el baño a 20°C  $\pm$  0.2°C, durante 30 minutos, la temperatura del baño se controla utilizando el termómetro. Reinserta el termómetro y se seca la parte exterior del picnómetro con el papel filtro. Luego se pesa con el contenido durante 30 minutos ( $P_1$ ).

Se vacía el picnómetro, se lava con etanol y con eterdietílico, se seca en corriente aire; llenando luego el picnómetro con aceite esencial, que debe de estar aproximadamente a 20°C.

Se vuelve a colocar el picnómetro en el baño de agua por 30 minutos. Se enrasa aceite esencial hasta la marca y se procede a su pesado durante 30 minutos, obteniéndose un peso ( $P_2$ ).

**Expresión del Resultado:** Durante el procedimiento, se obtuvieron los siguientes resultados:

$P$  : El peso, en gramos del picnómetro vacío.

$P_1$  : El peso, en gramos del picnómetro lleno de agua destilada a 20°C.

$P_2$  : El peso, en gramos del picnómetro lleno con aceite esencial a 20°C.

La densidad  $\rho_{20}$  en gramos por mililitro, se da por la siguiente fórmula:

$$0.99718 \frac{P_2 - P}{P_1 - P} \dots (A-3)$$

Mientras que la densidad relativa  $d_{20}^{20}$  se da por la fórmula:

$$\frac{P_2 - P}{P_1 - P} \dots (A-4)$$

Y la densidad relativa  $d_{20}^{20}$  se da por la fórmula siguiente:

$$0.99823(d_{20}^{20}) \dots (A-5)$$

La densidad  $\rho_{20}$ , la densidad relativa  $d_{20}^{20}$ , y la densidad  $d_{20}^{20}$  se expresan con una precisión de por lo menos 3 cifras decimales.

**ANEXO N°3 : DIBUJOS DE LOS EQUIPOS UTILIZADOS EN LA  
EVALUACIÓN A ESCALA BANCO.**

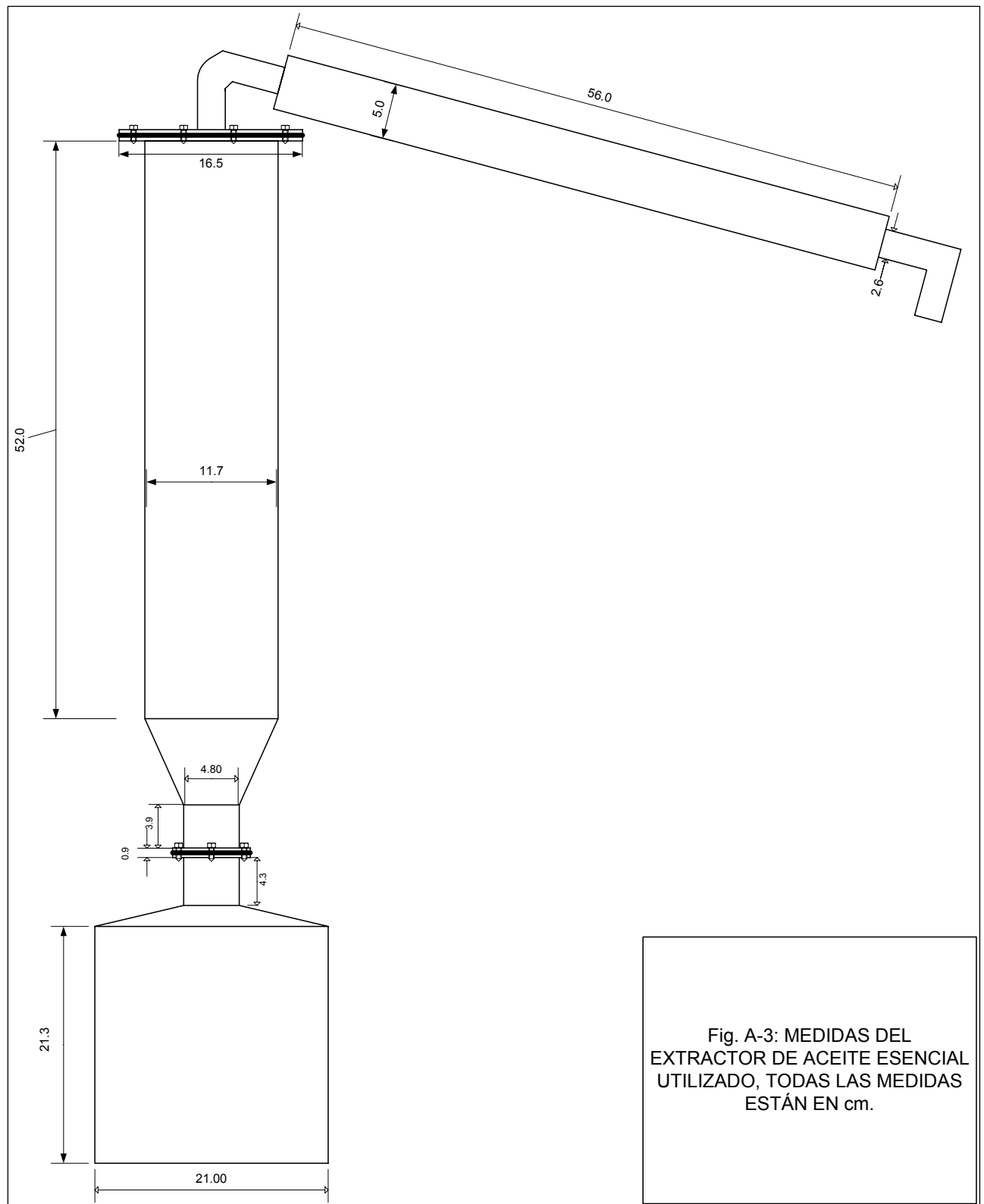
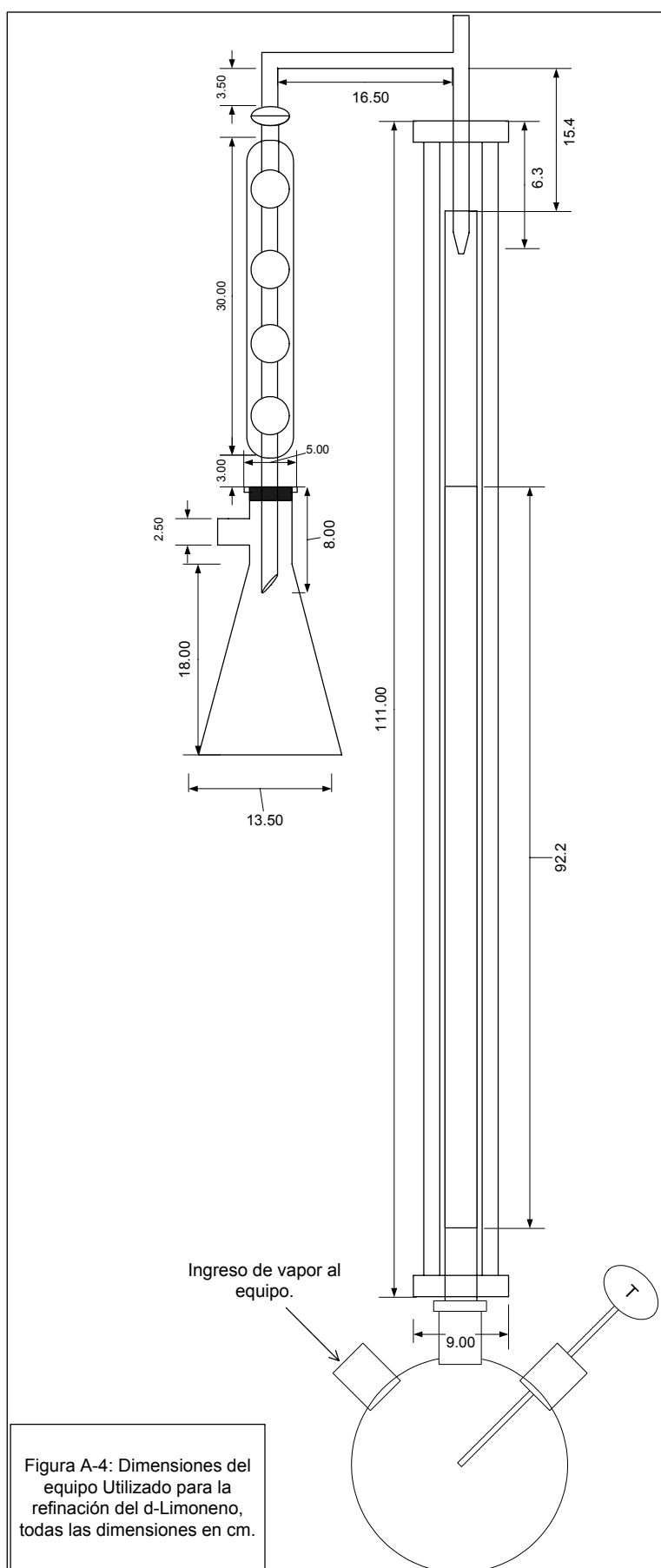


Fig. A-3: Dibujo y dimensionado de Extractor de aceite esencial.



## **ANEXO N°4: TABLAS DE LA CINÉTICA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL**

Figura A-5 (a) : Disminución de la concentración del aceite en el tiempo, Corrida N°3

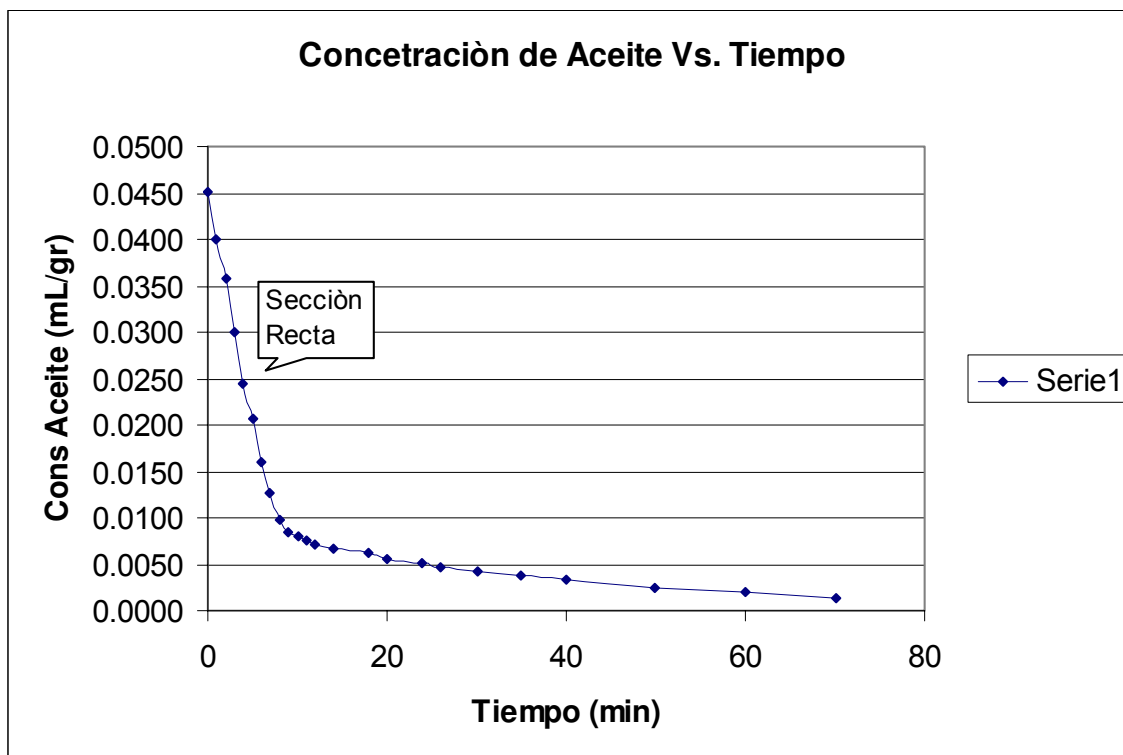


Figura A-5 (b) : Desarrollo de la Cinética de la hidroextracción, corrida N°3

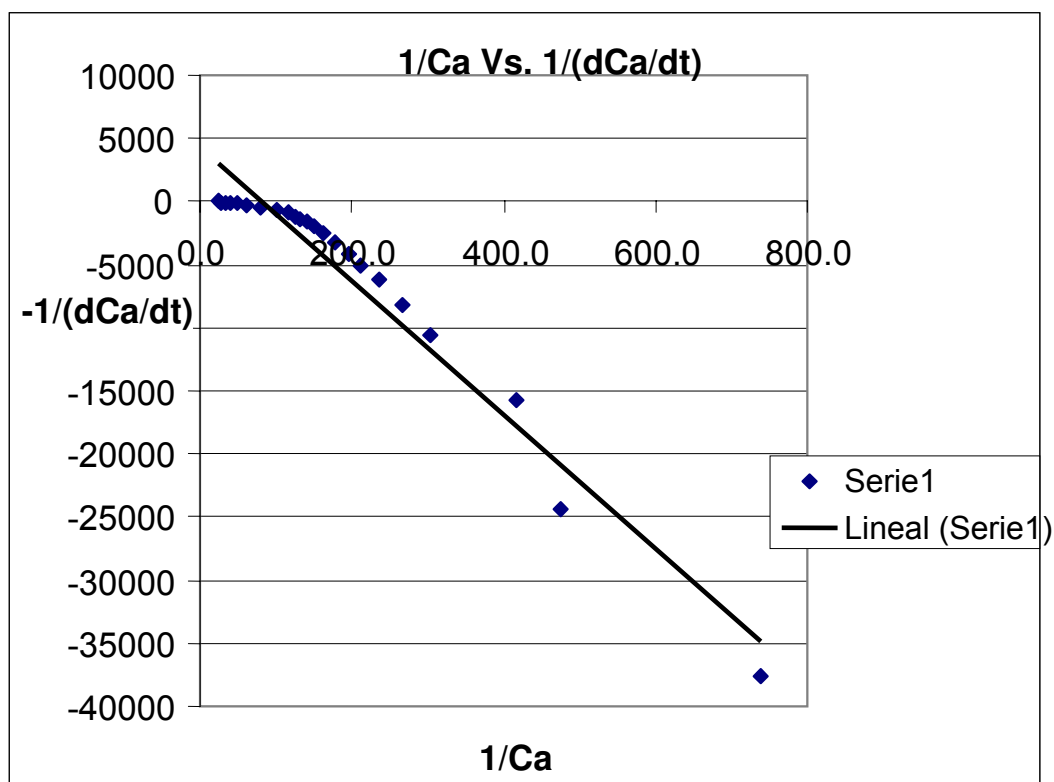


Figura A-6 (a) : Disminución de la concentración del aceite en el tiempo, Corrida N°4

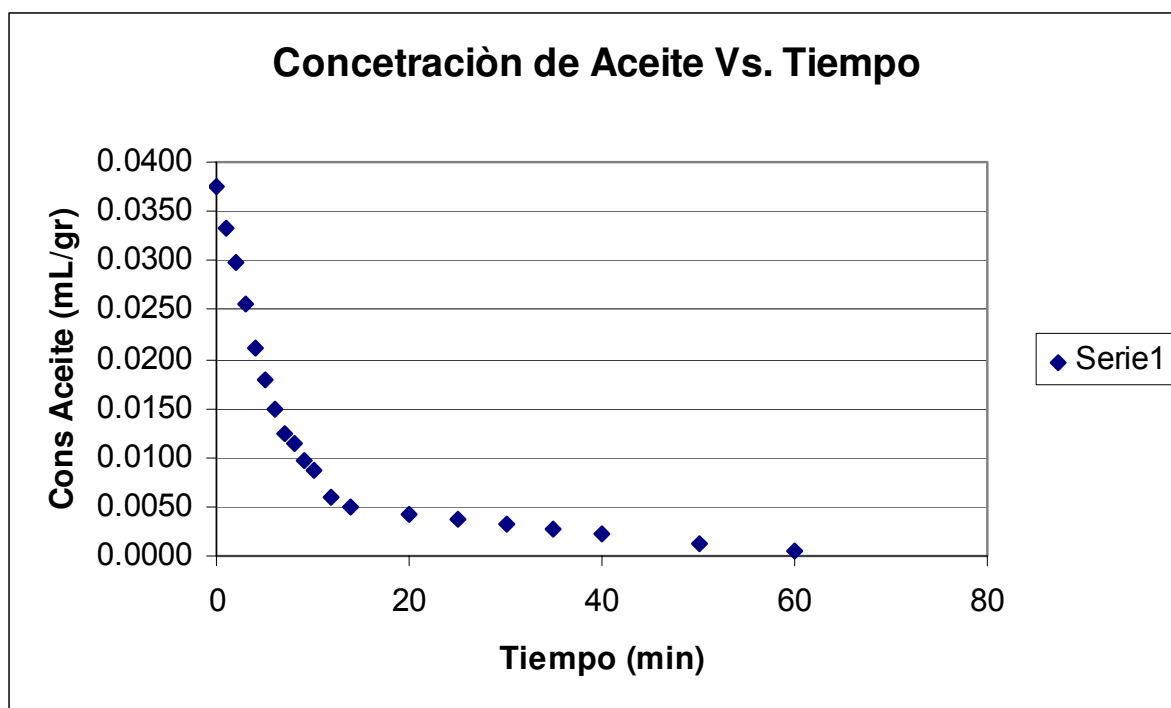


Figura A-6 (b) : Desarrollo de la Cinética de la hidroextracción, corrida N°4

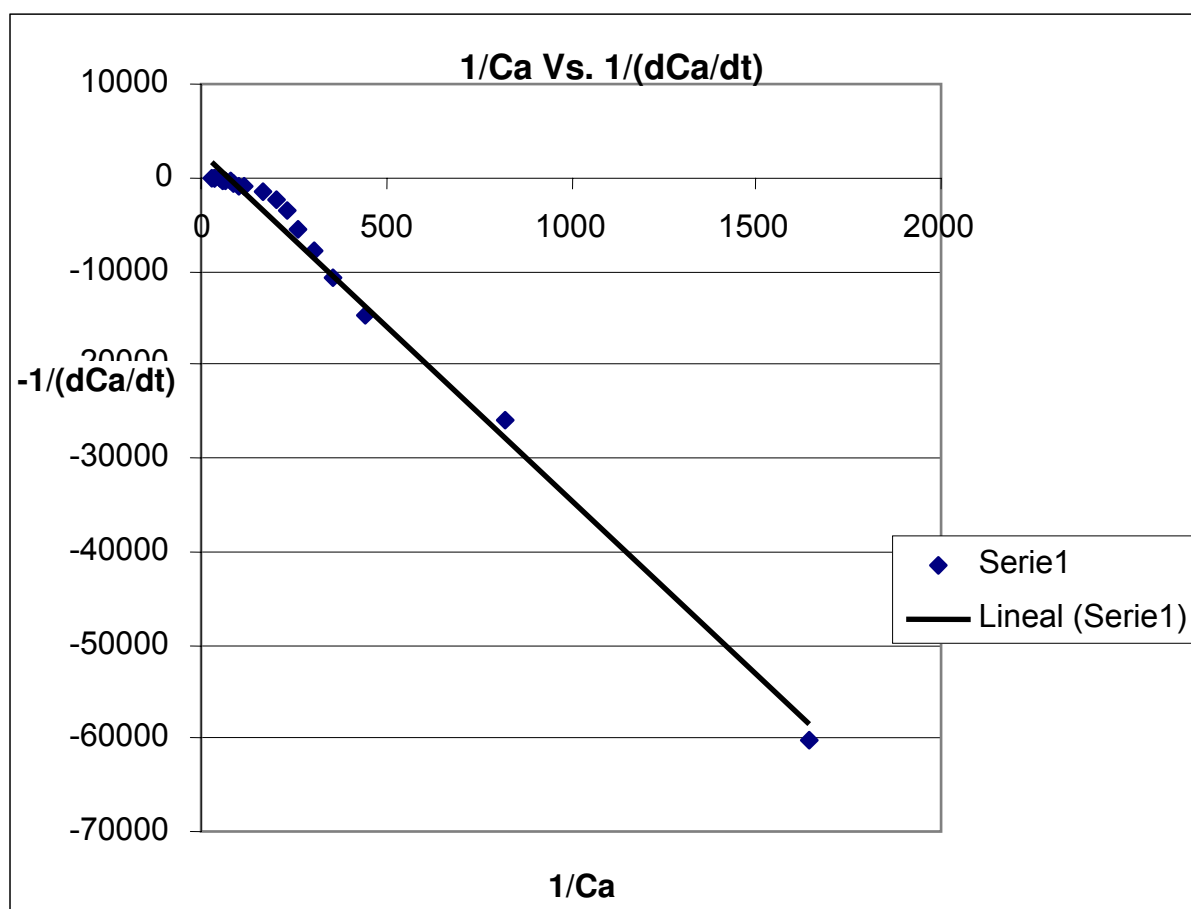




Figura A-7 (a) : Disminución de la concentración del aceite en el tiempo, Corrida N°5

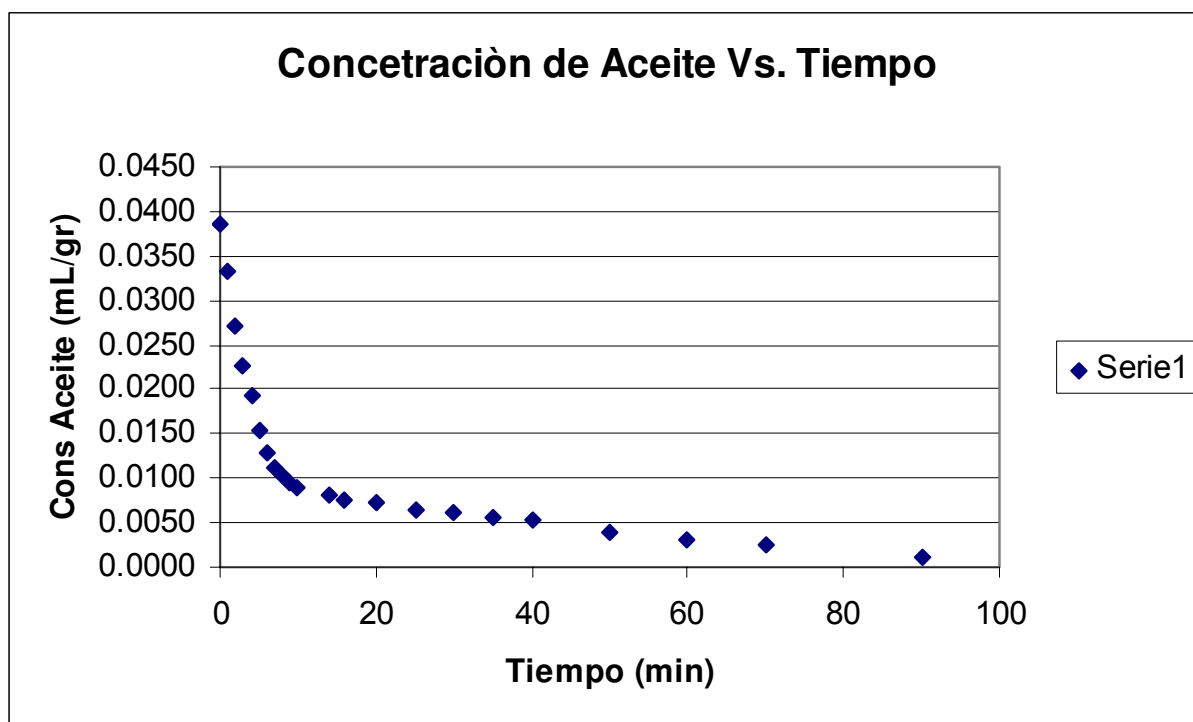


Figura A-7 (b) : Desarrollo de la Cinética de la hidroextracción, corrida N°5

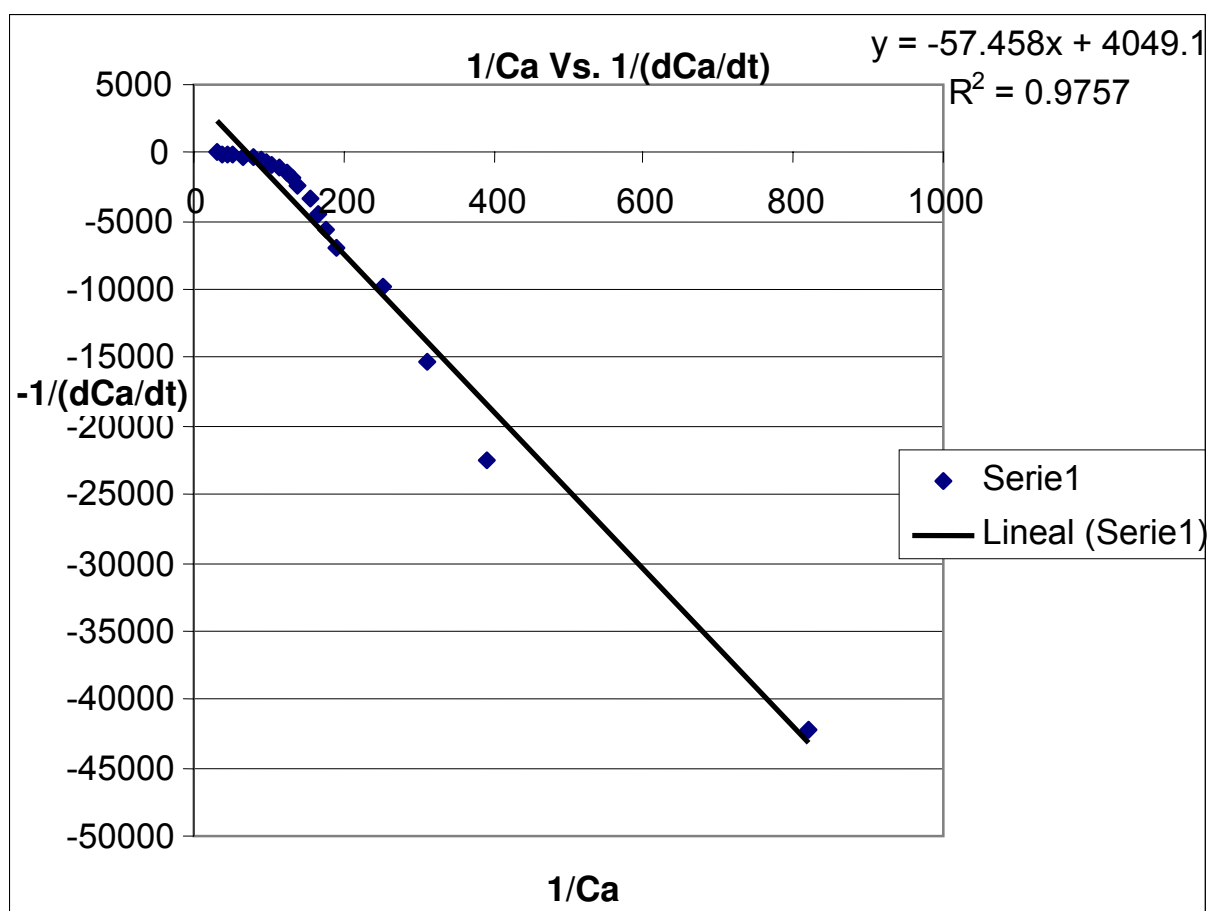


Figura A-8 (a) : Disminución de la concentración del aceite en el tiempo, Corrida N°7

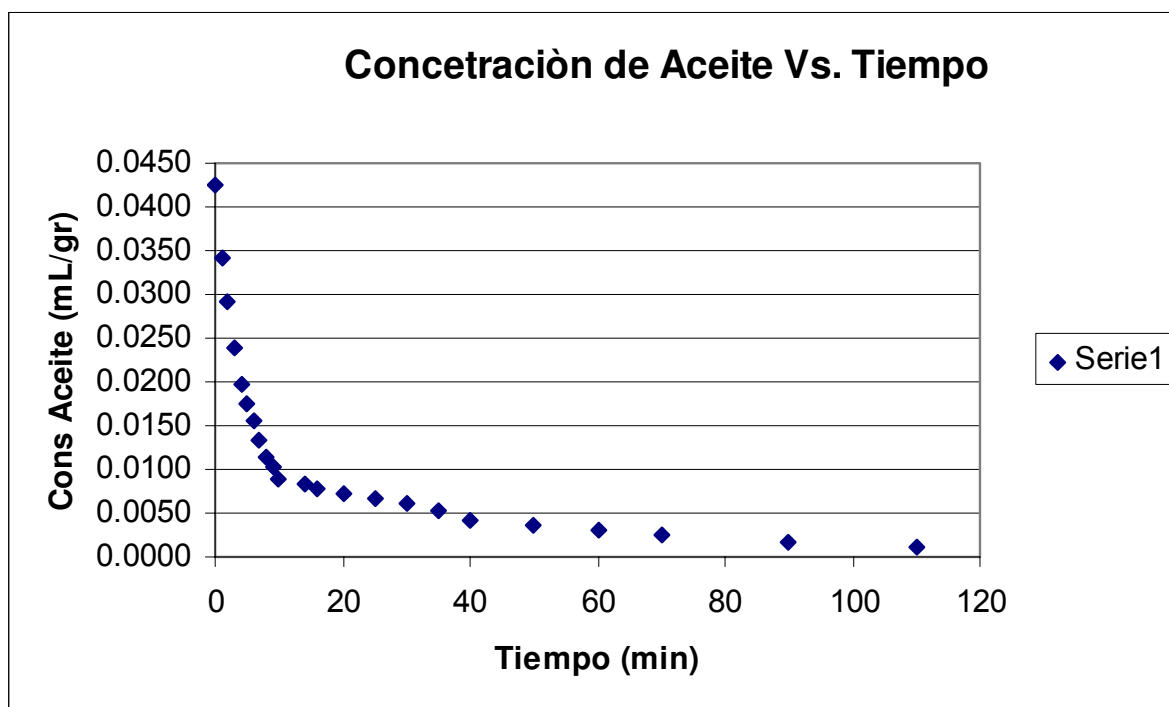


Figura A-8 (b) : Desarrollo de la Cinética de la hidroextracción, corrida N°7

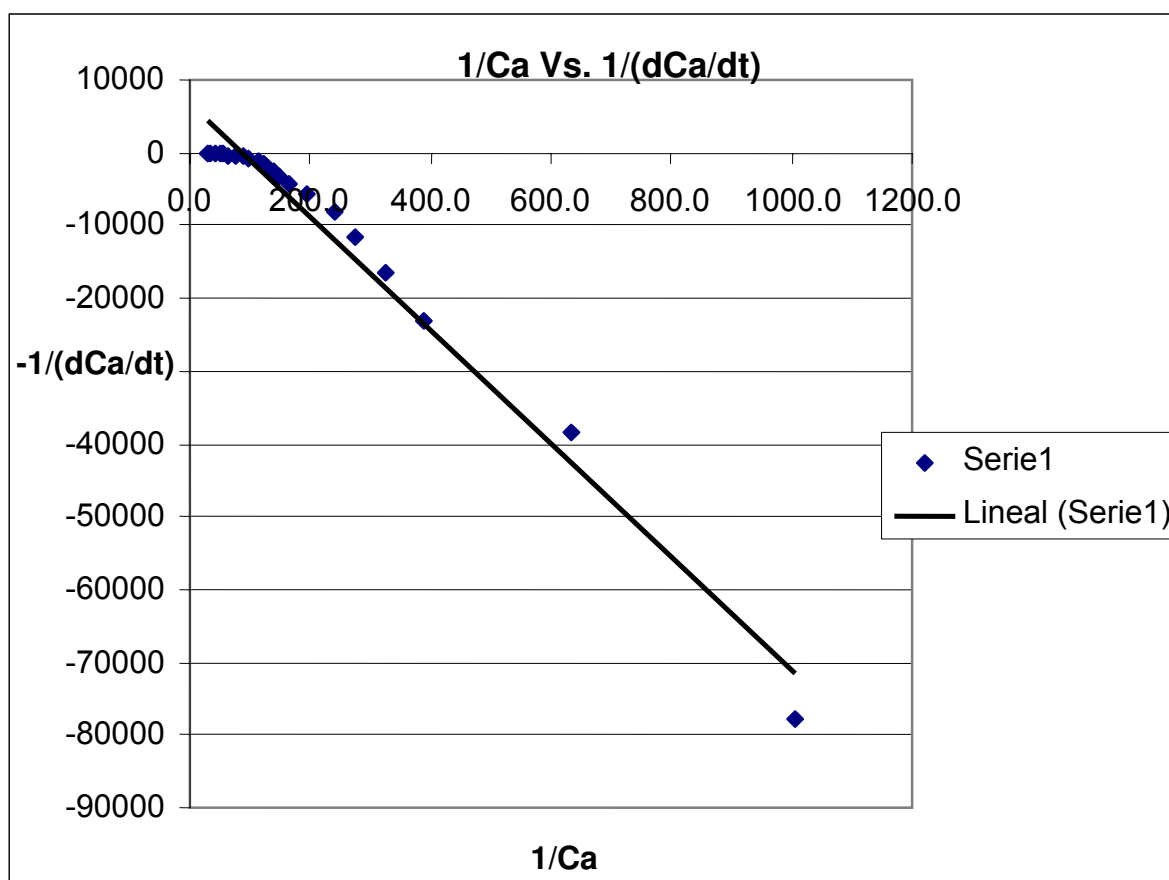


Figura A-9 (a) : Disminución de la concentración del aceite en el tiempo, Corrida N°8

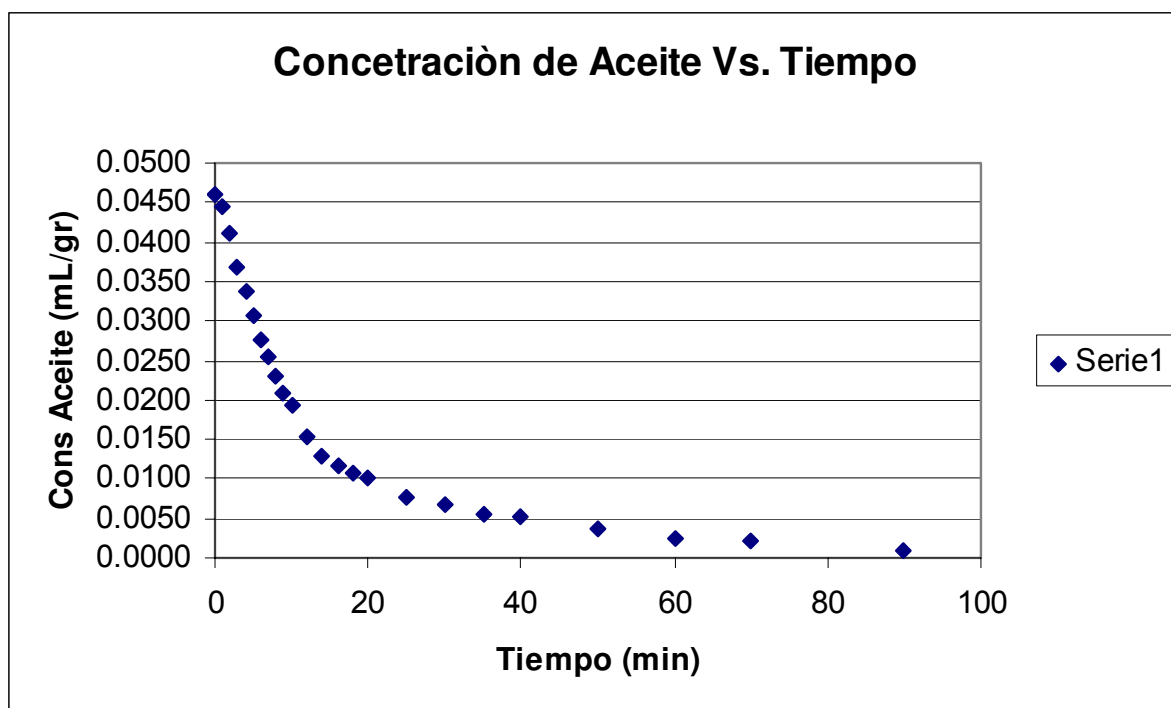


Figura A-9 (b) : Desarrollo de la Cinética de la hidroextracción, corrida N°8

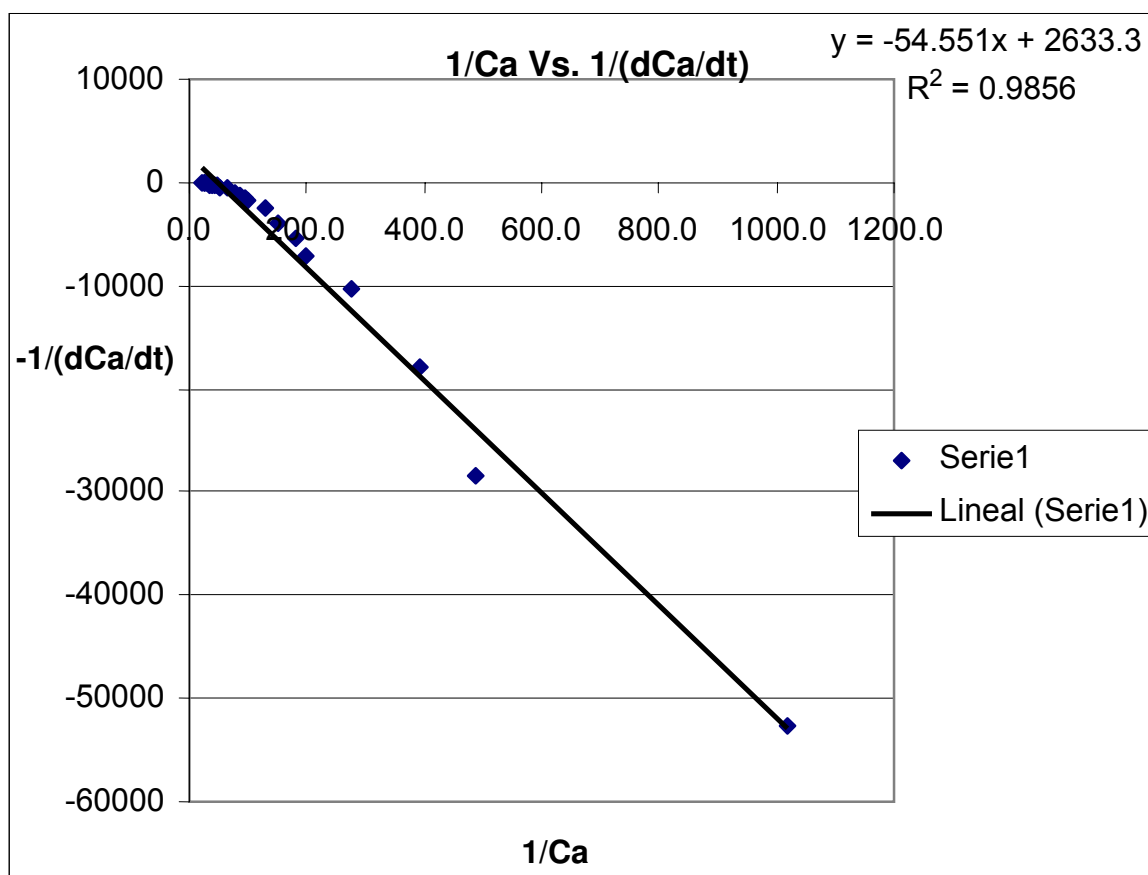


Figura A-10 (a) : Disminución de la concentración del aceite en el tiempo, Corrida N°9

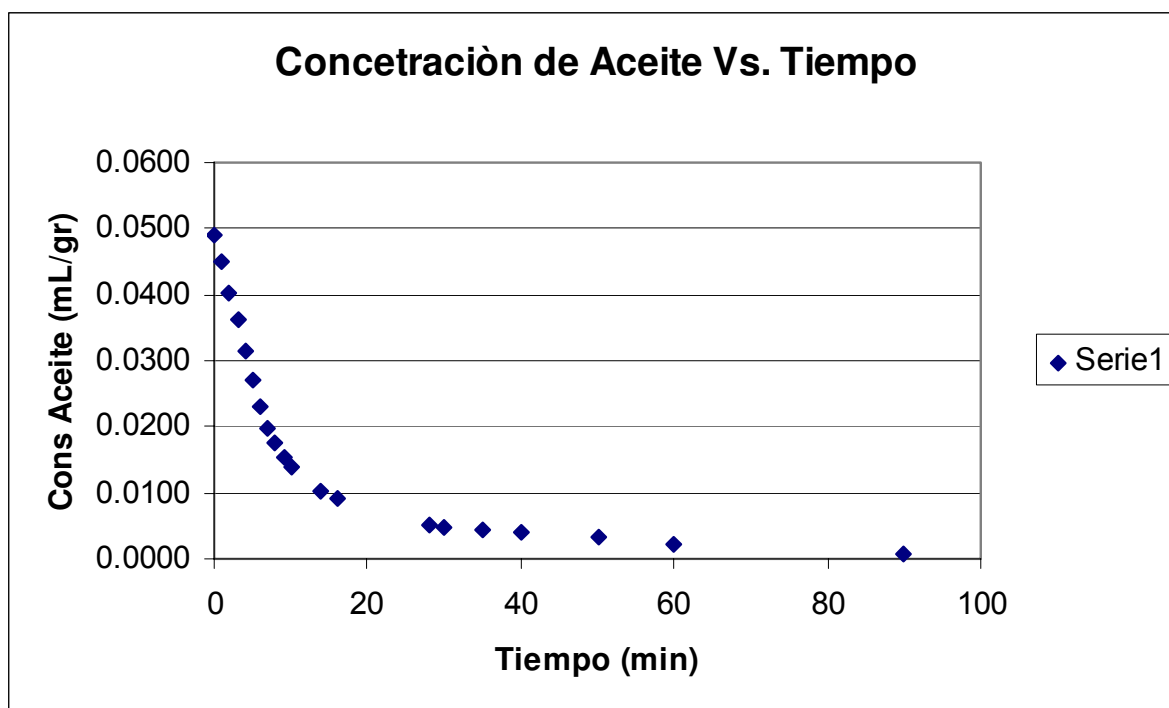


Figura A-10(b) : Desarrollo de la Cinética de la hidroextracción, corrida N°9

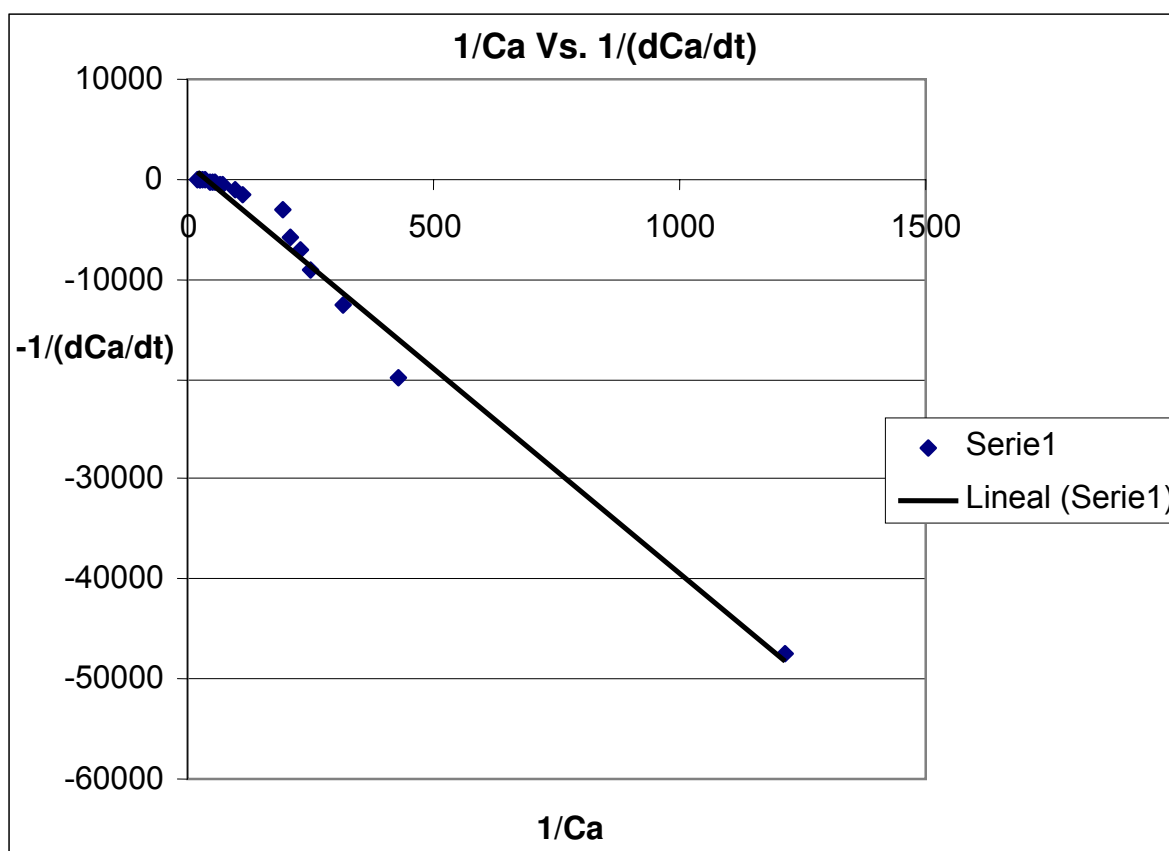


Figura A-11 (a):Disminución de la concentración del aceite en el tiempo, Corrida N°10

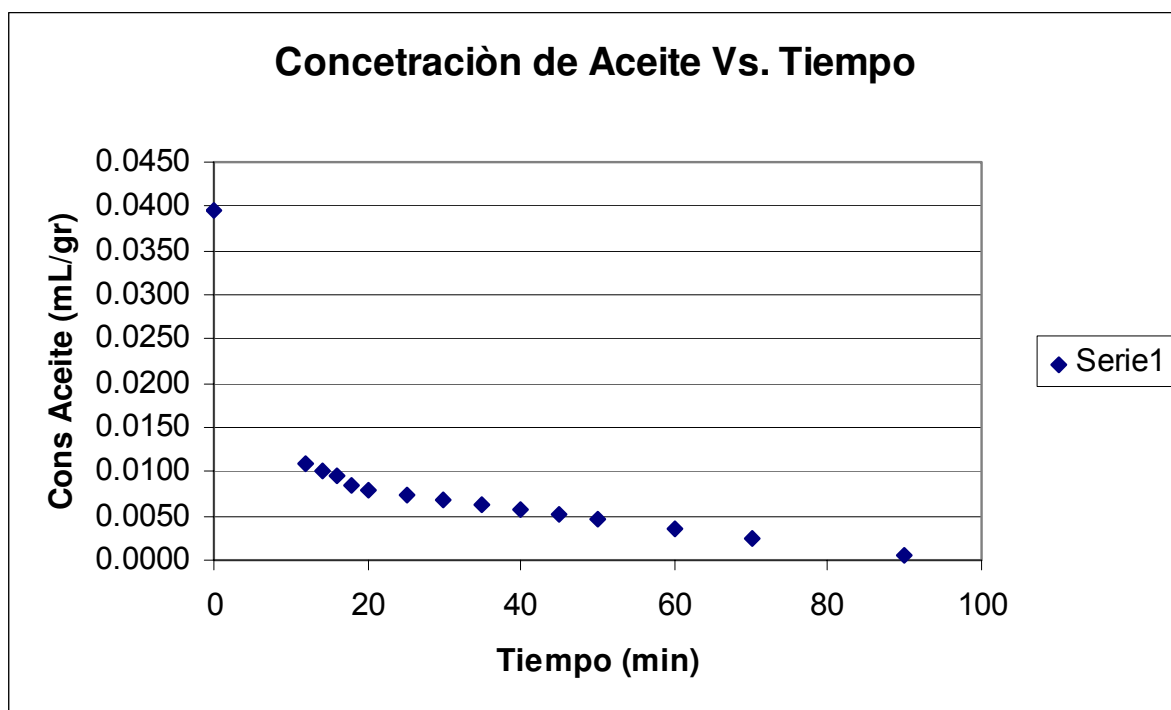


Figura A-11 (b) : Desarrollo de la Cinética de la hidroextracción, corrida N°10

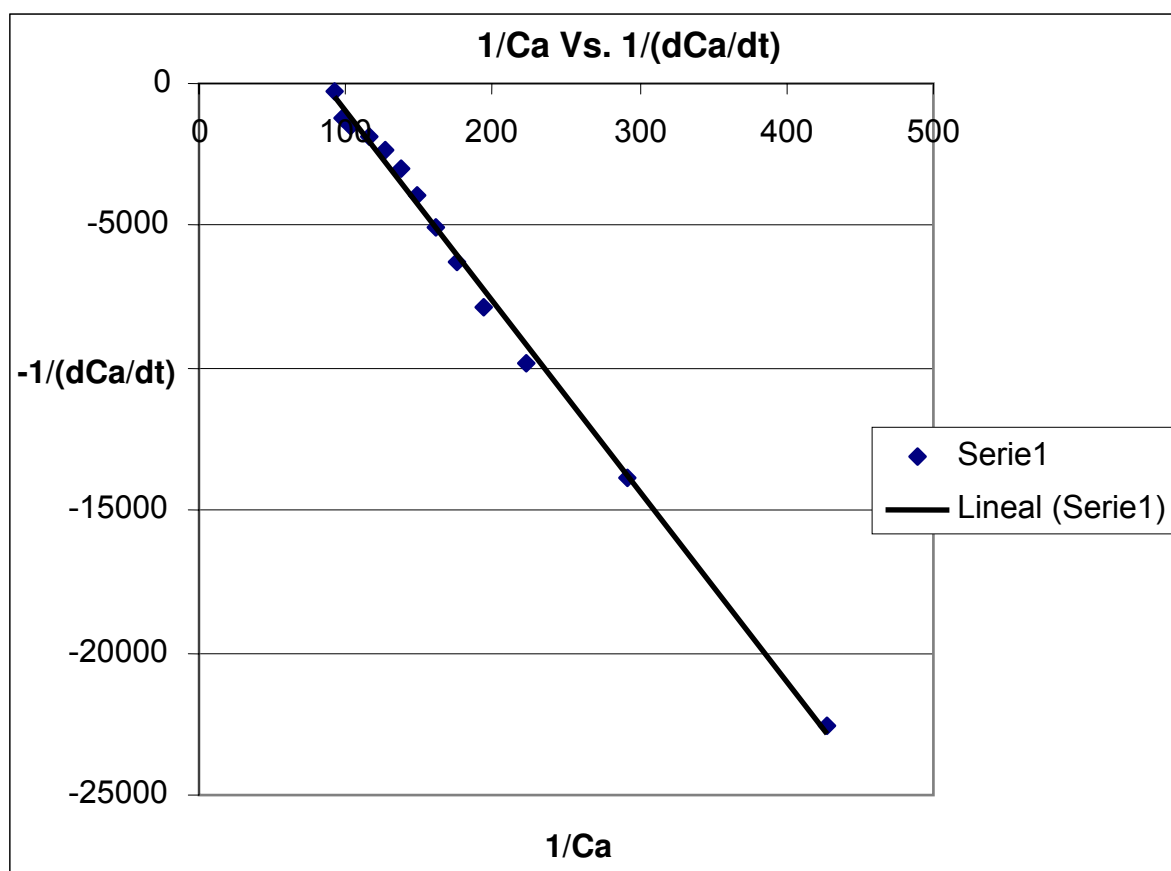


Figura A-12 (a):Disminución de la concentración del aceite en el tiempo, Corrida N°11

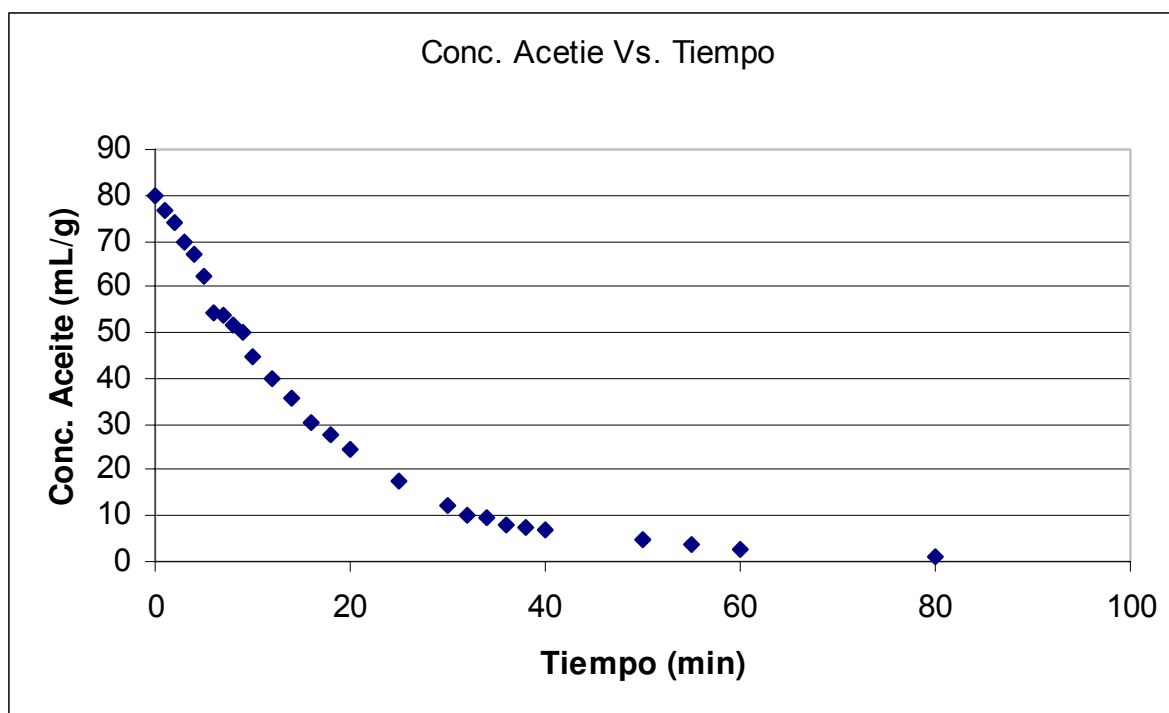


Figura A-12 (b) : Desarrollo de la Cinética de la hidroextracción, corrida N°11

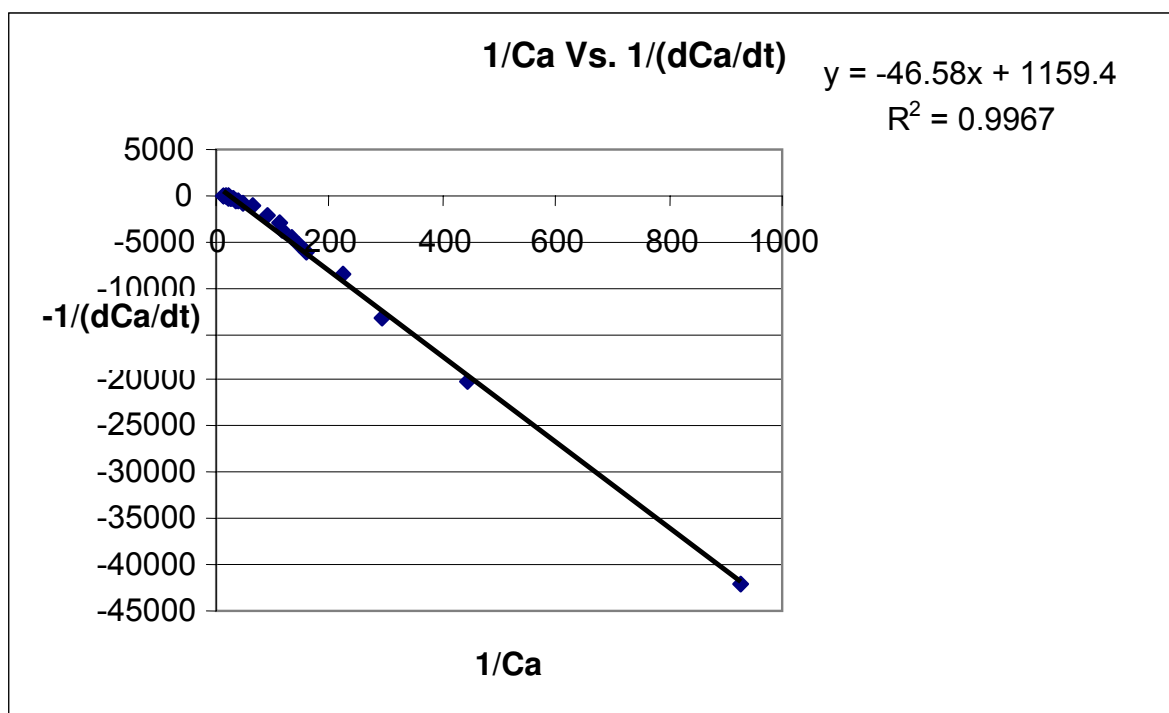


Figura A-13 (a):Disminución de la concentración del aceite en el tiempo, Corrida

N°12

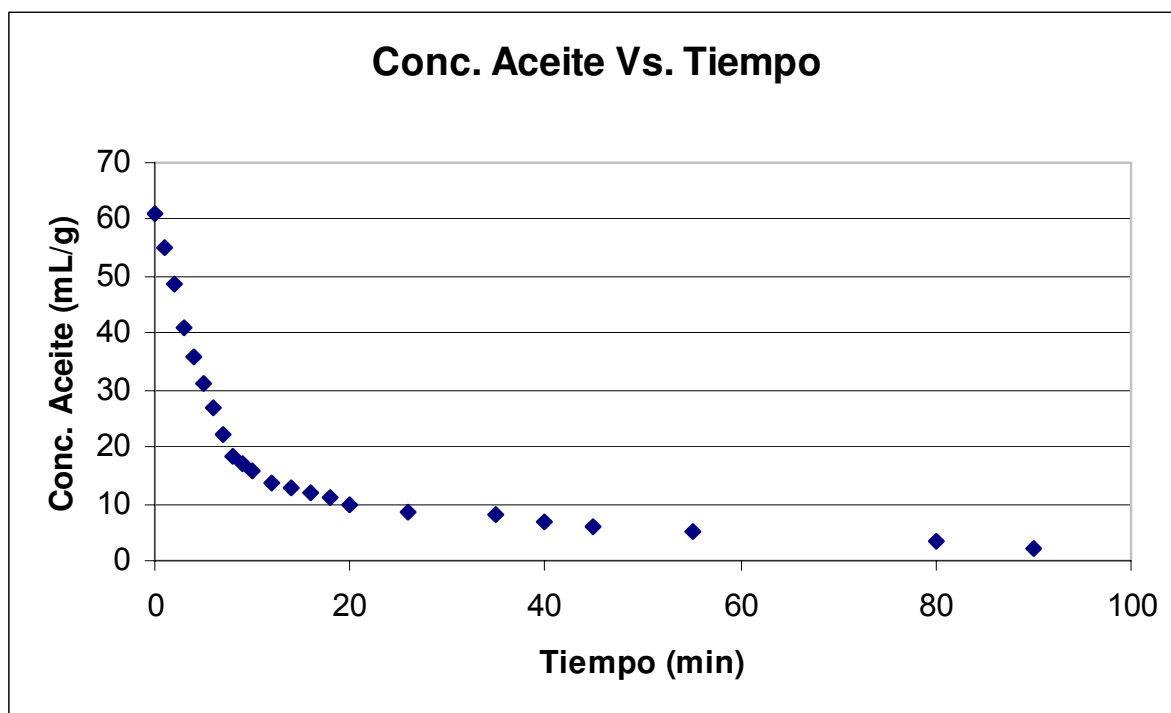


Figura A-13 (b) : Desarrollo de la Cinética de la hidroextracción, corrida N° 12

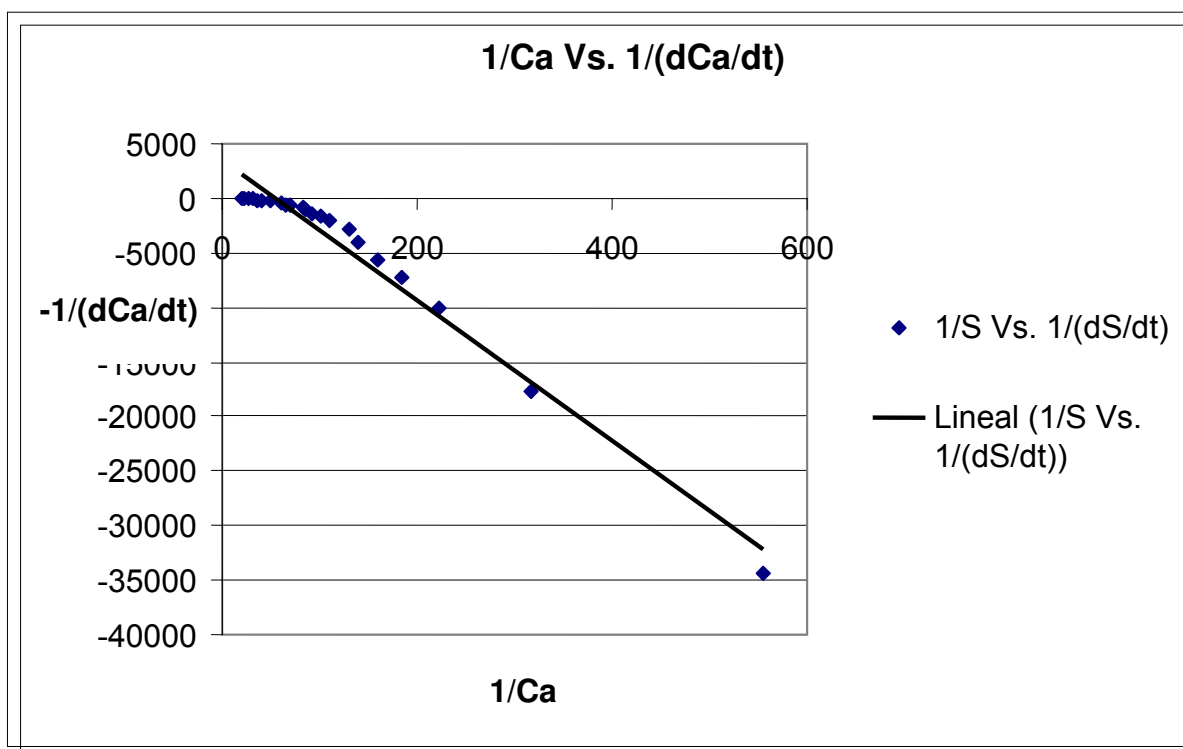


Figura A-14 (a): Disminución de la concentración del aceite en el tiempo, Corrida N°13

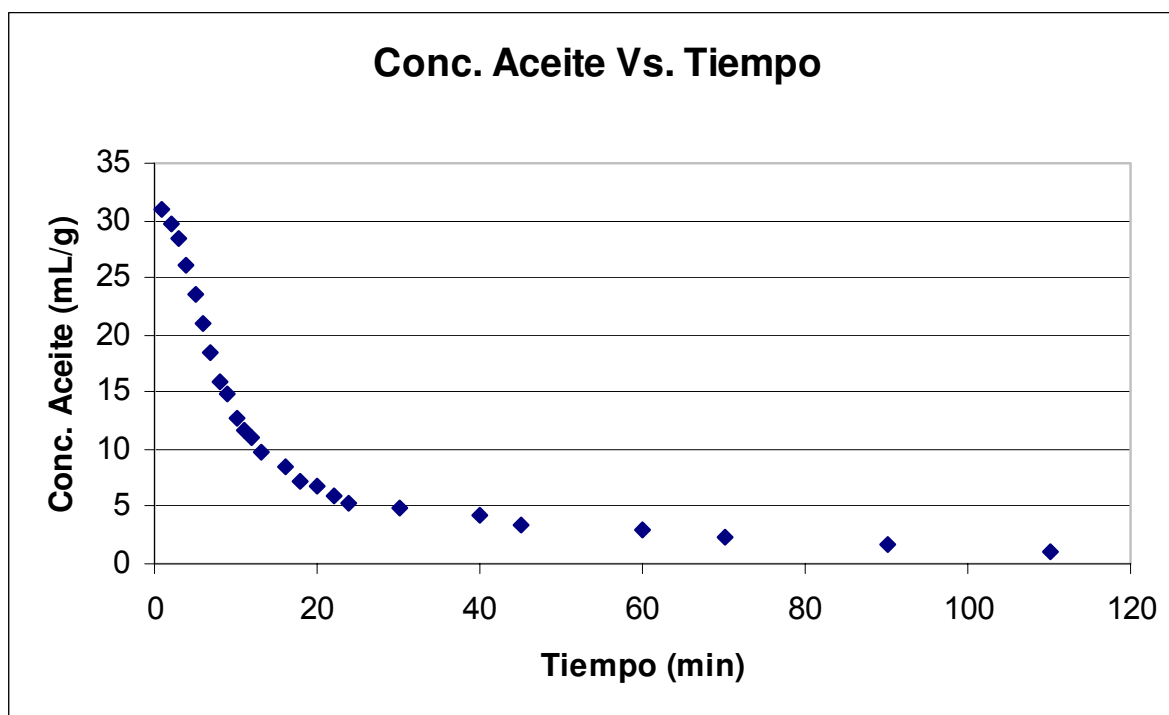


Figura A-14 (b) : Desarrollo de la Cinética de la hidroextracción, corrida N° 13

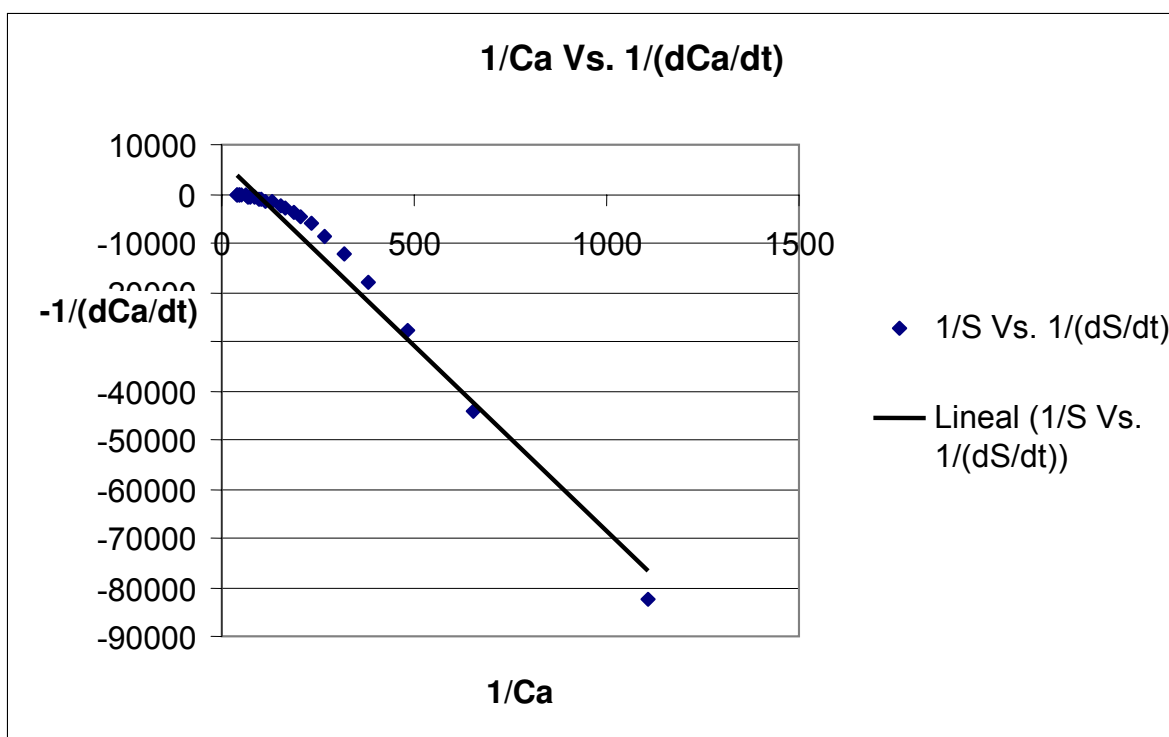




Figura A-15 (a):Disminución de la concentración del aceite en el tiempo, Corrida N°14

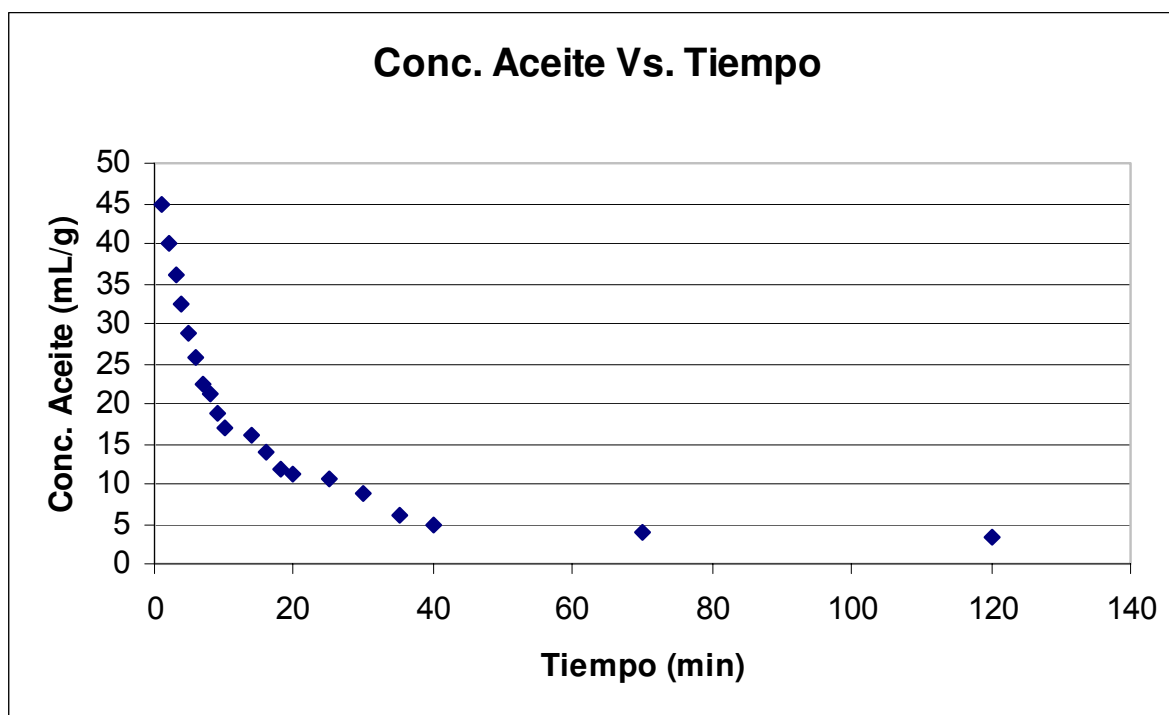


Figura A-15 (b) : Desarrollo de la Cinética de la hidroextracción, corrida N° 14

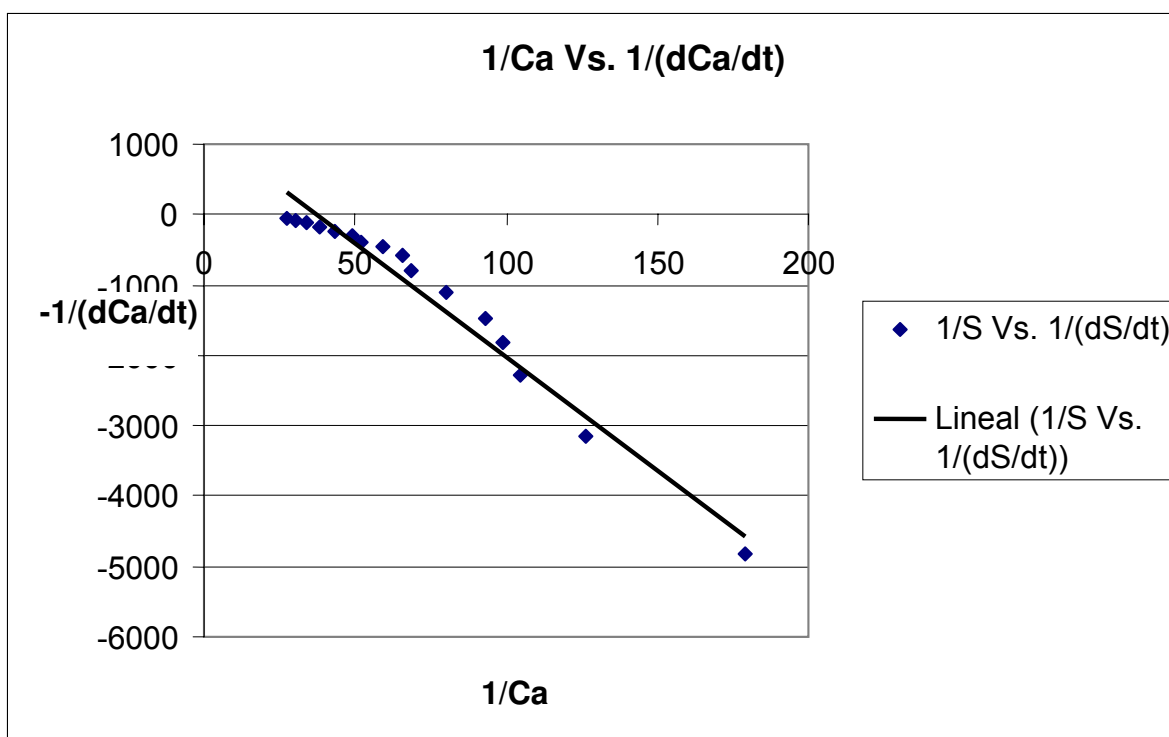


Figura A-16 (a):Disminución de la concentración del aceite en el tiempo, Corrida N°17

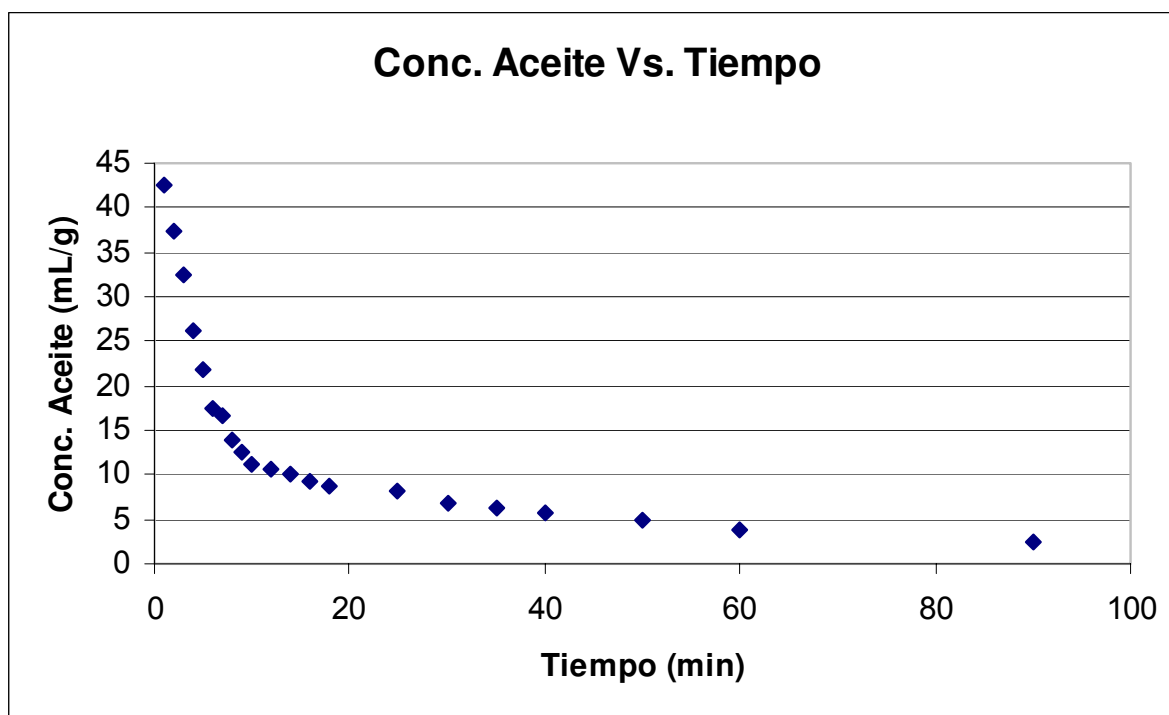
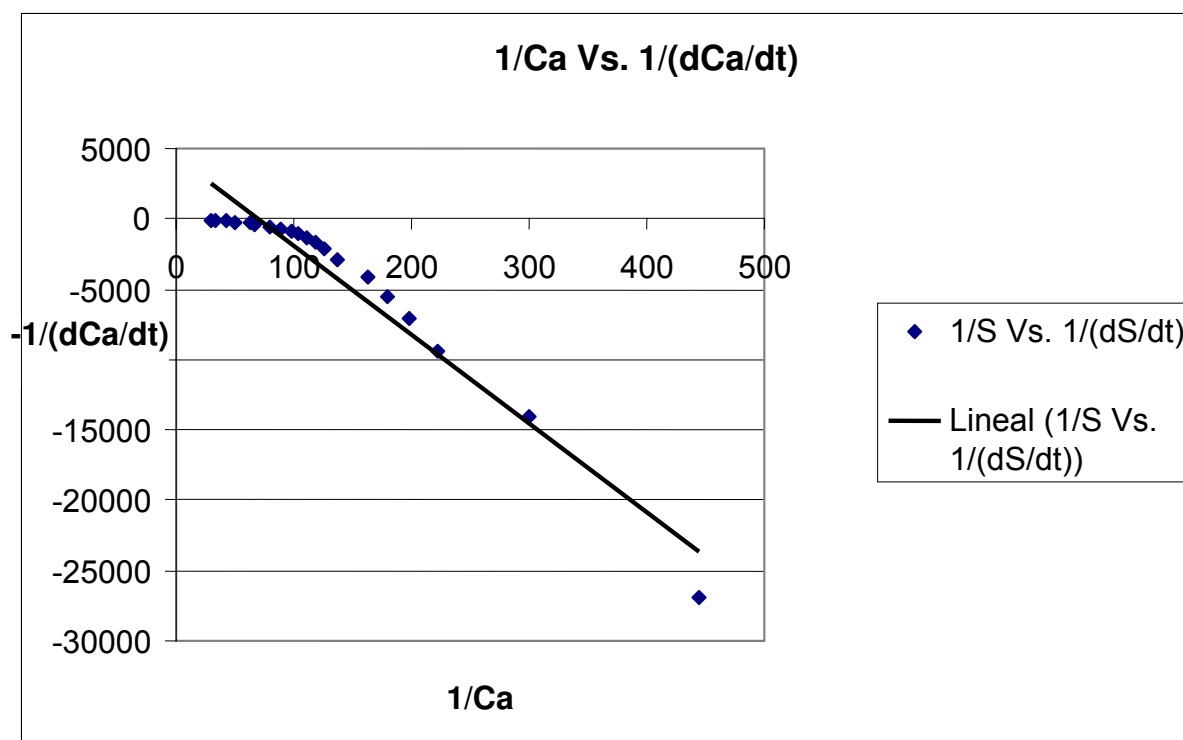


Figura A-16 (b) : Desarrollo de la Cinética de la hidroextracción, corrida N°17



**ANEXO N°5: DIBUJOS Y MEDIDAS DEL EQUIPO**  
**DIMENSIONADO PARA PLANTA PILOTO**

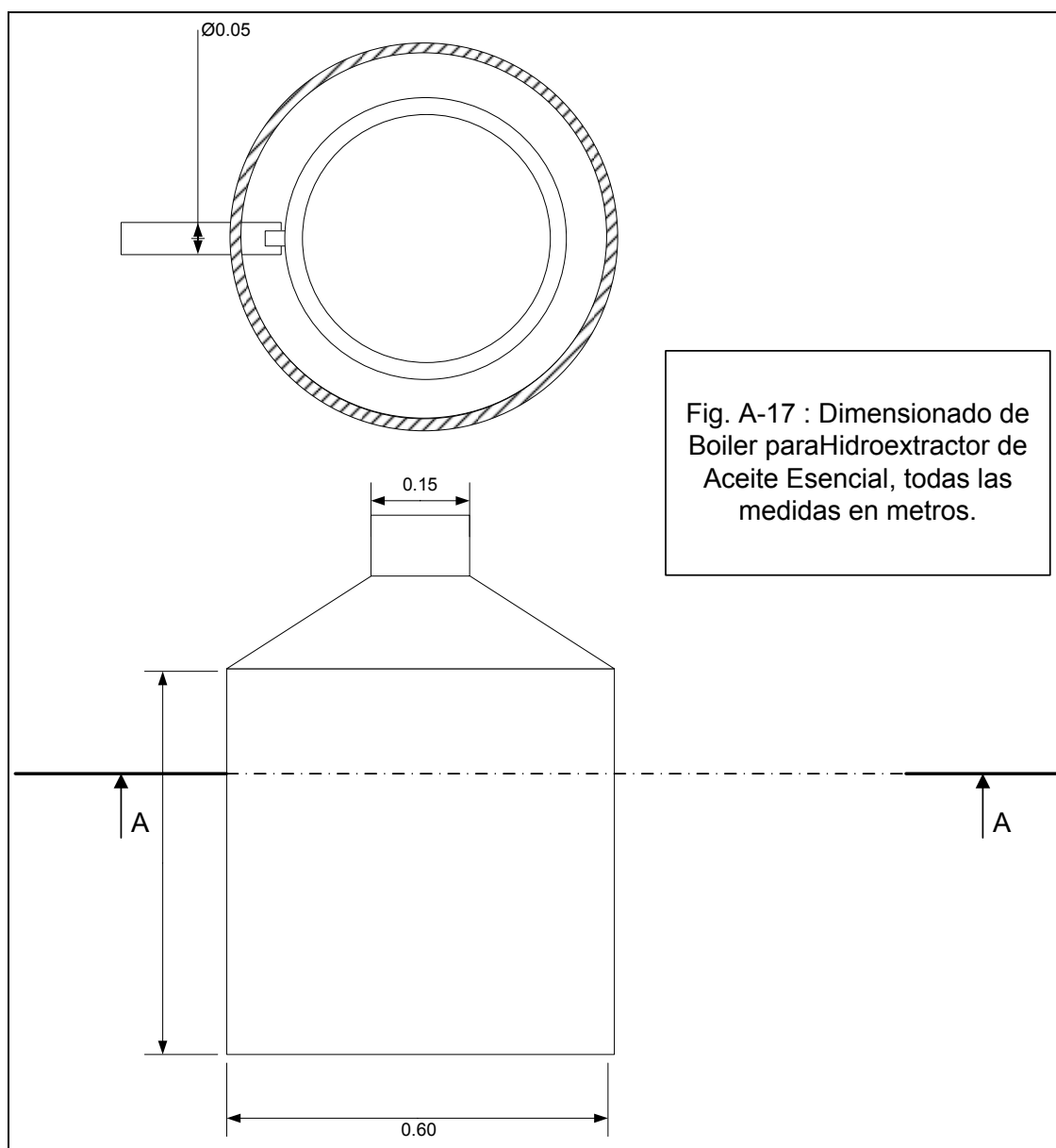


Fig. A-17 : Dimensionado de Boiler para hidroextractor de aceite esencial.

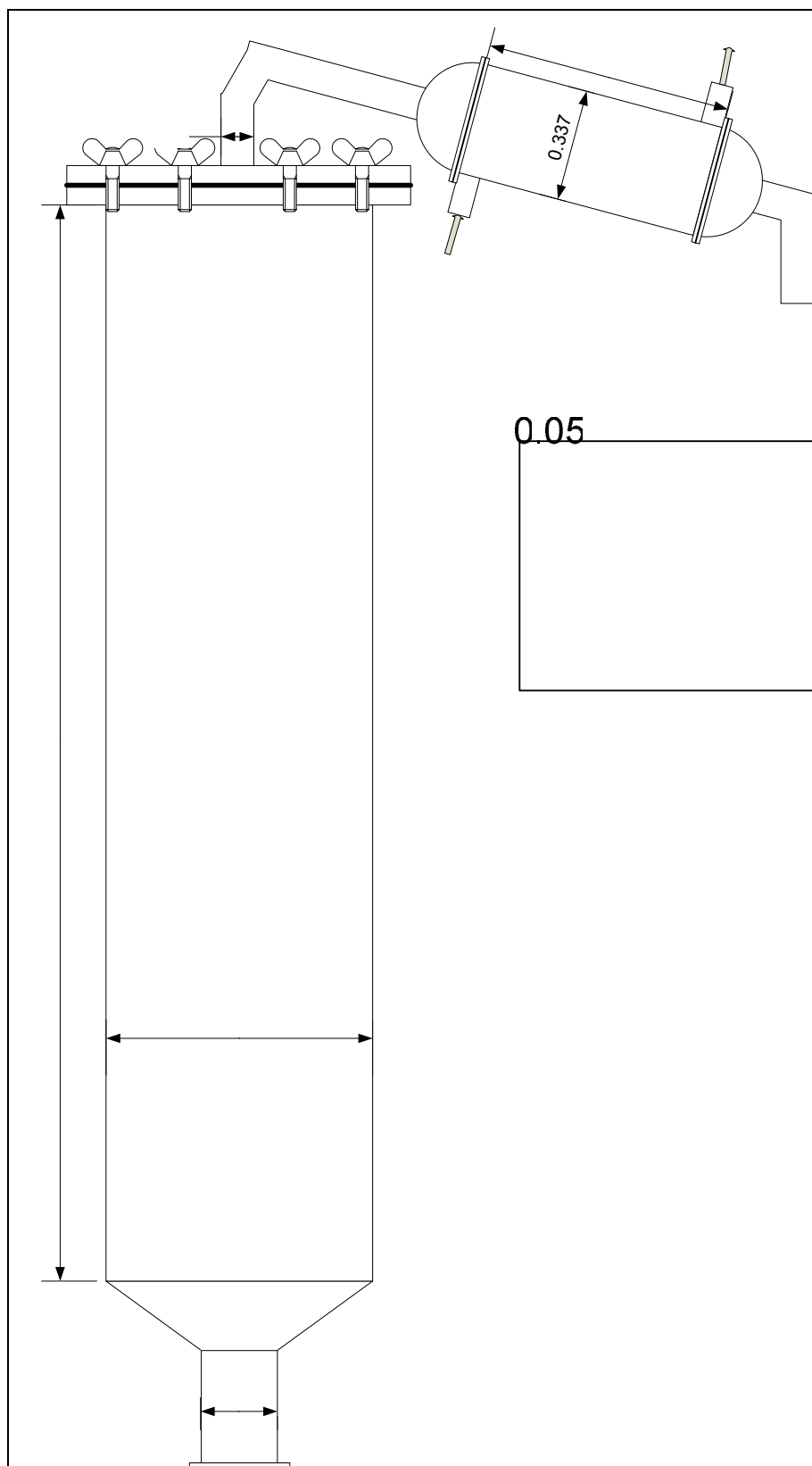


Fig. A-18 : Dimensionado de Torre de Hidroextractor de Aceites Esenciales.

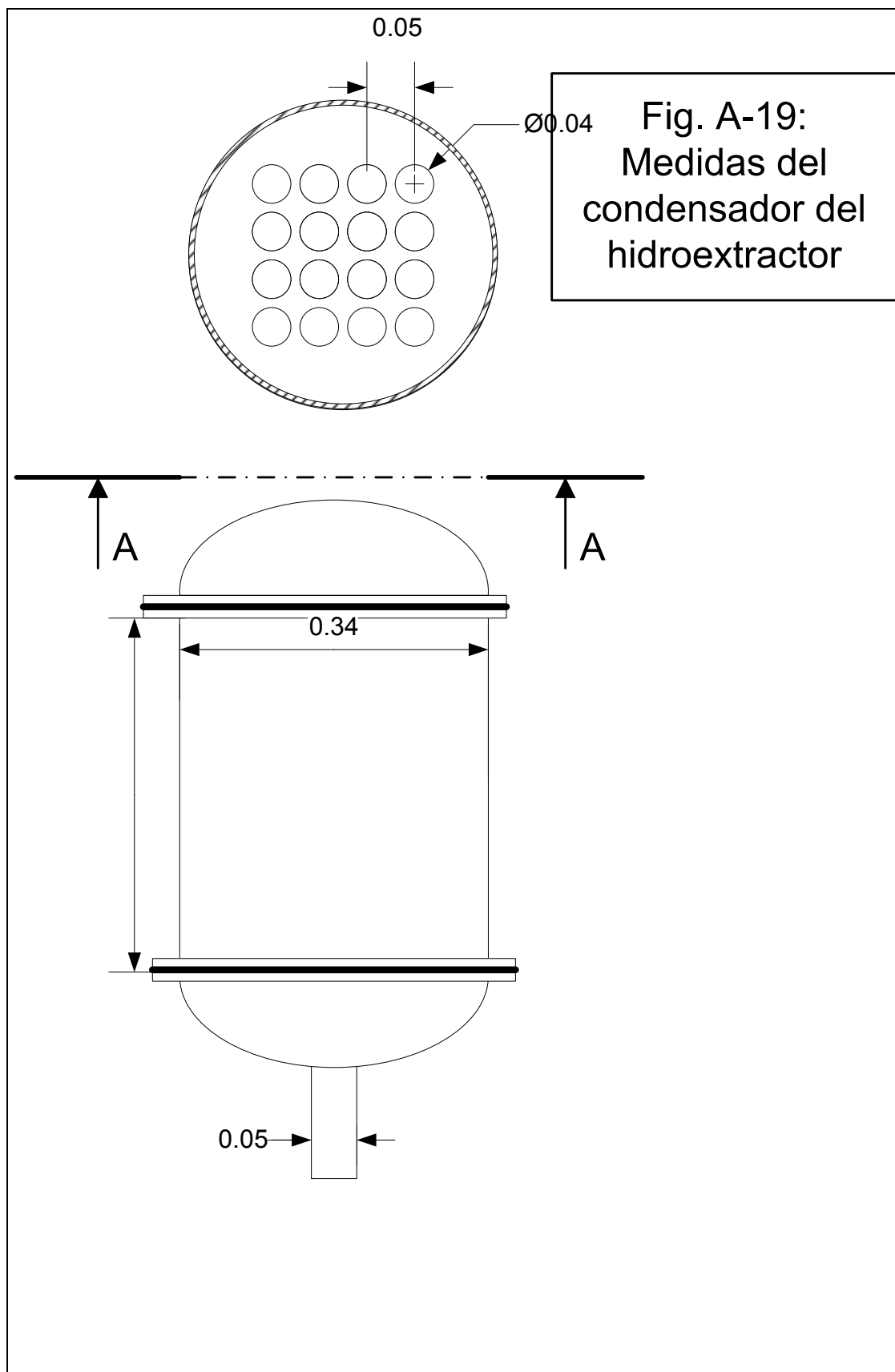


Fig. A-19 : Dimensionado del Condensador del hidroextractor.

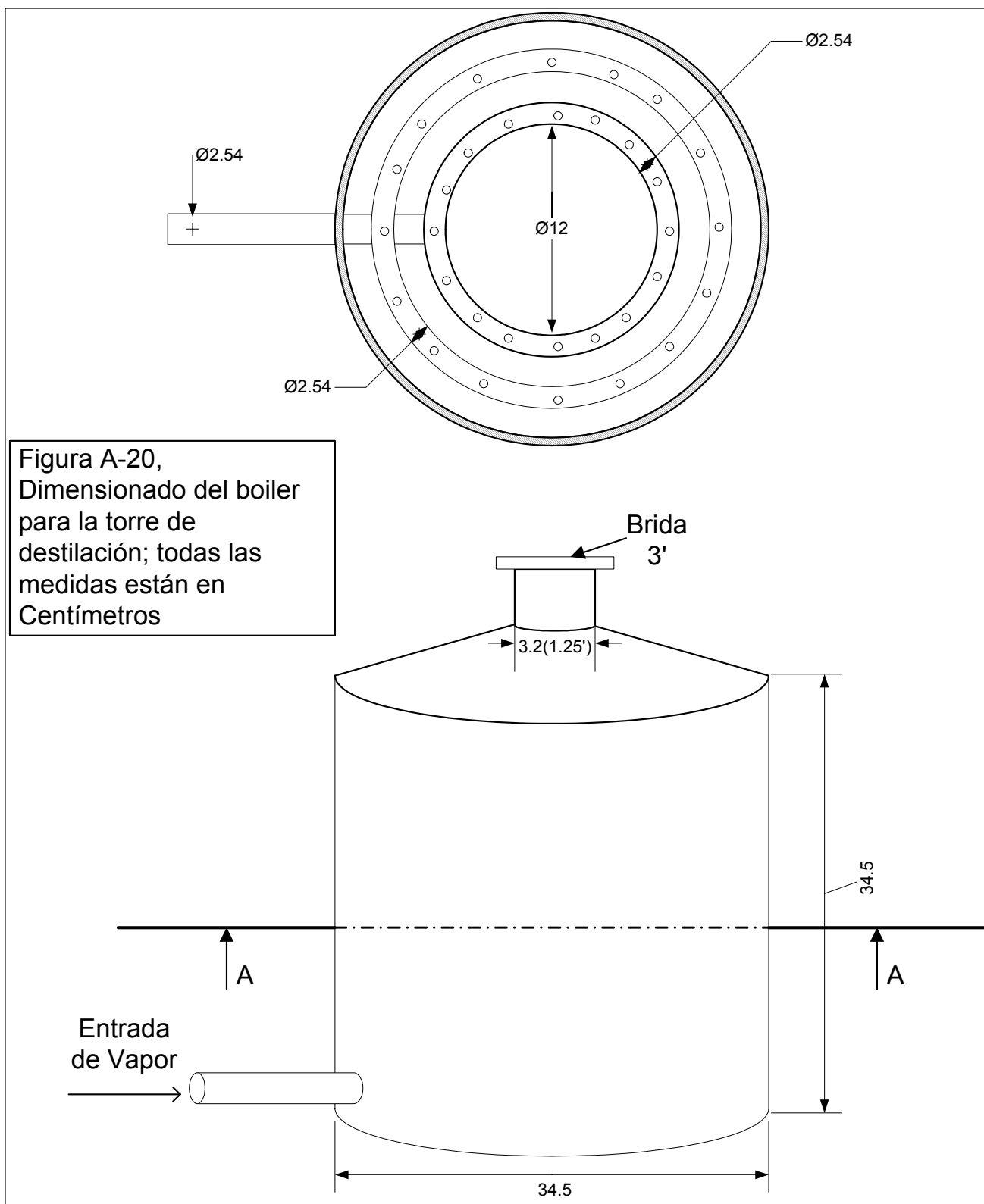


Fig.A 20 : Dibujo y Dimensionado de Boiler para equipo diseñado a nivel piloto

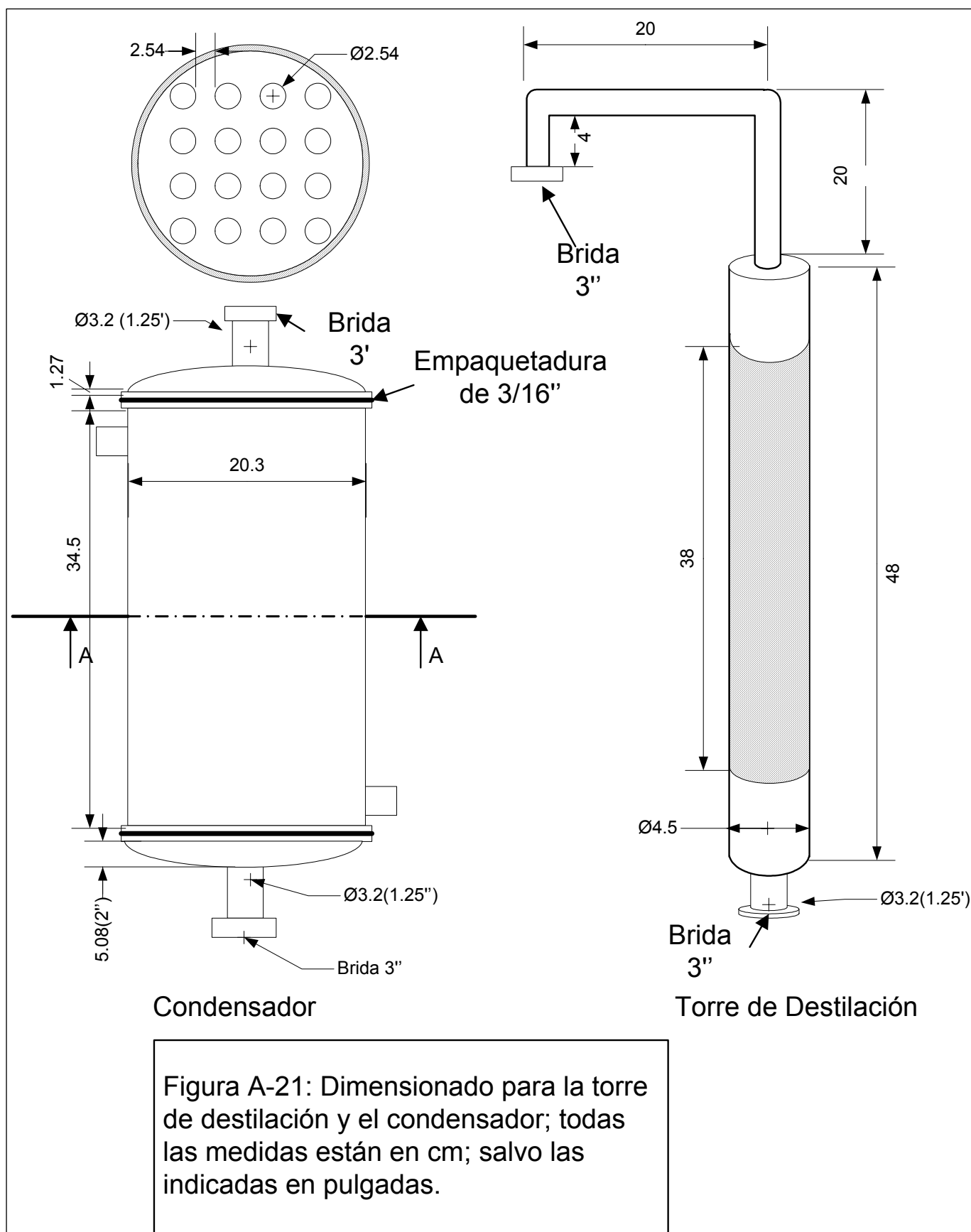


Figura A-21 : Dibujo y dimensionado de Condensador y Torre de destilación de equipo de purificación de d Limoneno a escala piloto.